République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université 8 Mai 1945 Guelma

جامعة 8 ماي 1945 قالمة
UNIVERSITE 8 MAI 1945 GUELMA

Faculté des sciences et technologies
Département de génie mécanique

THÈSE

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE DOCTORAT EN SCIENCE

Filière : Construction mécanique

Présentée par

KHELIFA Hocine

Intitulée

Caractérisation thermique et mécanique de matériaux issus de tissus de fibres de troncs de palmiers

Soutenue le : 13 Juillet 2022 Devant le Jury composé de :

M. OULDLAHOUCINE	**Cherif**	Univ. 8 mai 1945 Guelma	Président
M. BEZAZI	**Abderrezak**	Univ. 8 mai 1945 Guelma	Rapporteur
M. BELBAH	**Ahmed**	Univ. 8 mai 1945 Guelma	Examinateur
M. OSMANI	**Hocine**	Univ. Farhat Abas Sétif	Examinateur
M. HOCINE	**Abdelkader**	Univ. Hassiba Benbouali Chlef	Examinateur
M. ZEDIRA	**Hamma**	Univ. Abbes Laghrour Khenchela	Examinateur

Année Universitaire : 2021/2022.

Dédicace

Je dédie ce travail de thèse de doctorat :

Aux âmes pures de mon père, ma mère et ma sœur, que Dieu leurs fasses miséricorde ;

A mon frère et mes sœurs.

Et en particulier à ma petite famille, ma femme Nabila, mes enfants Maria, Mohamed, Loudjain et spécialement Idriss

KHELIFA

Remerciements

Ce travail de thèse a été mené au sein des nombreux laboratoires, particulièrement le Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM) de l'Université 8 Mai 1945 Guelma-Algérie. Ce travail n'a été possible qu'avec le soutien de nombreuses personnes. Je les en remercies.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude et remerciements à mon directeur de thèse, M Abderrezak BEZAZI, professeur à l'Université 08 Mai 1945 Guelma, directeur du laboratoire LMANM, pour sa présence continuelle, son soutien, ses conseils, la confiance qu'il m'a témoignée et les nombreuses réflexions qui ont permis de mener à bien ce projet de recherche multidisciplinaire.

Je souhaite que les membres du jury trouvent ici l'expression de ma gratitude pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'avoir acceptés d'évaluer mon travail et pour leur disponibilité n'importe quand. J'adresse ma reconnaissance à Mr OULDLAHOUCINE Cherif professeur à l'université 08 Mai 1945 Guelma, d'avoir accepté de présider le jury de la présente thèse, ainsi, à tous les membres du jury pour avoir accepté la tâche de l'évaluation de ce travail : BELBAH Ahmed professeur à l'université 08 Mai 1945 Guelma, OSMANI Hocine professeur à l'université Farhat Abas Sétif, HOCINE Abdelkader professeur à l'université Hasiba Benbouali Chlef et ZEDIRA Hamma professeur à l'université Abbes Laghrour khenchela.

Mes remerciements vont également au professeur Zied DRISS directeur du laboratoire des systèmes électromécanique (LASEM), sans oublier les membres de l'équipe du laboratoire de mécanique à l'université de Boumerdes, de m'avoir accueilli au sein de son laboratoires. Ses conseils et commentaires m'ont fait concevoir et progresser sur de nombreux aspects. J'adresse aussi ma reconnaissance aux professeurs Gilberto Garcia del Pino, Paulo N.B. Reis, Fabrizio Scarpa, et Alain Dufresne pour ses aides et efforts pendant la réalisation de l'article de recherche.

Si cette expérience a été menée à bien c'est grâce à de nombreuses personnes que j'ai rencontré durant ces années de thèse et que je souhaite les remercier. Surtout l'équipe

du laboratoire (LMANM), BOUMEDIRI H, MOUSSAI T, BOUHMAME N pour leurs aides, et sans oublier tout le personnel du département de génie mécanique.

J'en profite pour exprimer ma profonde affection à ma famille pour l'ensemble de ce qu'ils m'ont apporté, sans oublier mes chères sœurs et frères, aussi bien à ma sympathie époux. En fin, je remercie tous ceux qui se sont déplacés lors de ma soutenance.

Résumé

Les contextes économiques et écologiques ont poussé les industriels à donner plus d'importance aux fibres végétales ainsi que leurs utilisations comme renfort dans les composites, c'est ainsi que la production de matériaux écologiques et durables est en train de se développée considérablement ces dernières années. La valorisation des déchets naturels et notamment agricoles dans des nouvelles applications allant de la construction à l'automobile jusqu'aux composants aérospatiaux est en cours de développement. Ceci est dû aux nombreux avantages qu'offrent les fibres végétales par rapport aux fibres synthétiques à savoir, disponibilité sous forme fibreuse, faible coût, légèreté, biodégradable et donc un faible effet environnemental...etc. L'objectif principal recherché dans ce travail de thèse est l'élaboration des biocomposites de construction, avec des performances souhaitées, constitué d'une matrice cimentaire renforcée de fibres végétales (fibres de Mesh) issue des résidus agricoles de palmier dattier. Ce choix est justifié par fait que l'Algérie possède plus de 20 millions de palmiers qui produisent des résidus (déchets) agricoles en très grandes quantités chaque année après la saison de récolte des dates. Ces résidus de fibres de Mesh issue du tronc, choisie comme renfort dans la présente thèse, méritent bien d'être valorisée industriellement. Dans ce contexte, la caractérisation des fibres de Mesh brutes et traitées a été effectué par plusieurs techniques : morphologique par MEB, thermo-physique (FTIR, DRX, ATG et DSC) et mécanique en traction selon un plan d'expérience Taguchi, qui a été rapportée aussi dans ce travail de thèse. En raison des dispersions des résultats expérimentaux obtenus, des études statistiques basées sur la méthode de Weibull ont été abordées. Ensuite, des bio-composites FMPD/Mortier sont élaborés selon un plan d'expérience basé sur la méthode de surface de réponse (RSM), et testés sous chargement de flexion 3-points et en compression. L'analyse de variance (ANOVA) a été utilisée dans le but d'optimiser les caractéristiques mécaniques des bio-composites élaborés. C'est dans ce contexte que s'inscrivent mes travaux de thèse, dont notre contribution va conduire à l'élaboration des nouveaux bio-composites en mortier renforcés par des fibres de mesh de palmier. Auquel des augmentations assez significatives peuvent dépasser 50% en terme de rigidité soit obtenues et ceux par rapport aux mortiers de référence, ce qui non pas trouvées dans les travaux réalisés dans cet axe de recherche.

***Mots Clés** : Fibres végétales, Fibre de Mesh de Palmier Dattier, Bio-composites, Essais mécaniques, Analyses statistiques.*

Abstract

Economic and ecological contexts have pushed manufacturers to give more importance to lignocellulosic fibers and their use as reinforcement in composites, thus the production of ecological and sustainable materials has been developing considerably in recent years. The recovery of natural and particularly agricultural waste in new applications ranging from construction to the automobile to aerospace components is under development. This is due to the many advantages offered by lignocellulosic fibers compared to synthetic ones, namely, availability in fibrous form, low cost, lightness, biodegradable and therefore a low environmental effect, etc. The main objective sought in this thesis work is the development of construction biocomposites, with the desired performance, consisting of a cementitious matrix reinforced with plant fibers (Mesh fibers) from agricultural residues of date palm. This choice is justified by the fact that Algeria has more than 20 million palm trees which produce agricultural residues (waste) in very large quantities each year after the date harvest season. These residues of Mesh fibers from the trunk, chosen as reinforcement in this thesis, deserves to be industrially valued. In this context, the characterization of raw and treated Mess fibers was carried out by several techniques: morphological by SEM, thermo-physics using FTIR, DRX, ATG and DSC and mechanical under tensile loading according to a Taguchi experimental plan, has been reported in this thesis work. Due to the dispersions of the experimental results obtained, statistical studies based on the Weibull method have been approached. Then, bio-composites FMPD/Mortar are elaborated according to an experience plan of the response surface method (RSM), and tested under loading of 3-point bending and in compression. The analysis of variance (ANOVA) was used in order to optimize the mechanical characteristics of the bio-composites developed. It is in this context that my thesis work takes place, whose contribution will lead to the development of new mortar bio-composites reinforced with palm mesh date fibers. In which fairly significant increases can exceed 50% in terms of rigidity and those compared to reference mortars, which is not found in the work carried out in this research

Keywords: *Plant fibers, Date Palm Mesh Fiber, Bio-composites, Mechanical tests, Statistical analysis.*

ملخص

دفعت السياقات الاقتصادية والبيئية المصنّعين إلى إعطاء أهمية أكبر للألياف النباتية واستخدامها كعناصر تعزيزية في المركبات ، وبالتالي إنتاج المواد البيئية والمستدامة تطور بشكل كبير في السنوات الأخيرة. إن تثمين النفايات الطبيعية والزراعية على وجه الخصوص في التطبيقات الجديدة التي تنطلق من البناء إلى السيارات إلى مكونات الفضاء هي قيد التطوير. ويرجع ذلك إلى المزايا العديدة التي توفرها الألياف النباتية مقارنة بالألياف الاصطناعية ، وهي التوفر في شكل ليفي ، التكلفة المنخفضة ، الخفة ، والقابلية للتحلل ، وبالتالي التأثير البيئي المنخفض ، إلخ. الهدف الرئيسي المنشود في هذا العمل هو تطوير المركبات الطبيعية المستعملة للبناء ، مع الأداء المطلوب، الذي يتألف من مصفوفة اسمنتية معززة بألياف نباتية (ألياف شبكية) من المخلفات الزراعية لنخيل التمر. يبرر هذا الاختيار حقيقة من خلال أن الجزائر لديها أكثر من 20 مليون نخلة تنتج مخلفات زراعية (نفايات) بكميات كبيرة جدًا كل عام بعد موسم جني التمور. هذه البقايا من الألياف الشبكية لجذع النخلة المختارة كعنصر معزز في هذه الأطروحة، تستحق أن تُقدر صناعياً. في هذا السياق ، تم إجراء توصيف للألياف الشبكية الخام والمعالجة من خلال عدة تقنيات من بينها: المجهر الالكتروني لمعرفة البنية الداخلية، التوصيف باستعمال الفيزياء الحرارية (FTIR ، و DRX ، و ATG و DSC) وميكانيكا الشد وفقًا لخطة تاغوتشي التجريبية ، التي تم الاعتماد عليها في عمل هذه أطروحة . بسبب تشتت النتائج التجريبية التي تم الحصول عليها، تم الاعتماد على الدراسات الإحصائية القائمة على طريقة ويبل. بعد ذلك ، يتم تطوير المركبات الحيوية المشكلة من الياف النخيل الشبكية / الملاط وفقًا لخطة تجربة طريقة سطح الاستجابة (RSM) ، واختبارها تحت تجارب الانحناء 3 نقاط والضغط. تم استخدام تحليل التباين (ANOVA) من أجل تحسين الخصائص الميكانيكية للمركبات الحيوية المطورة. في هذا السياق الذي يناسب العمل في هذه الأطروحة ، ادت مساهمتنا إلى تطوير مركبات بيولوجية جديدة معززة بألياف شبكية من الياف النخيل .حيث تم الحصول على زيادات كبيرة جدًا يمكن أن تتجاوز 50 ٪ من حيث الصلابة و التي تمت مقارنتها بمركبات مرجعية ، التي لم يتم الحصول عليها في الأعمال المطروحة من قبل في هذا النوع من البحث.

الكلمات المفتاحية: *ألياف نباتية ،الألياف الشبكية لنخيل التمر ، مركبات طبيعية ، اختبارات ميكانيكية ، تحليل إحصائي.*

Table des matières

Liste des figures

Chapitre I : Synthèse bibliographique sur les fibres du palmier dattier et les bio-composites fibres/ciment

Chapitre IV : Caractérisation et optimisation des propriétés mécaniques des biocomposites Mortier/FMPD

Liste des tableaux

Chapitre I : Synthèse bibliographique sur les fibres du palmier dattier et les biocomposites fibres/ciment

Chapitre II : Méthodologies expérimentales et préparation des échantillons

Chapitre III Caractérisation morphologique, thermo-physique et analyse statistique du comportement mécanique des FMPD

Chapitre IV : Caractérisation et optimisation des propriétés mécaniques des biocomposites Mortier/FMPD

Liste des symboles

Symboles	Significations
ε	Déformation à la rupture en traction (%).
σ	Contrainte à la rupture de traction (MPa).
E	Module de Young de traction (GPa).
F	Force maximale (N).
ε_f	εf : Déformation à la rupture de flexion (%).
σ_f	σf : Contrainte à la rupture de flexion (MPa).
E_f	Ef : Module de Young de flexion (GPa).
h	L'épaisseur des éprouvettes (mm).
L	Longueur totale des éprouvettes (mm).
l	La distance entre appuis des éprouvettes (mm).
b	Largeur des éprouvettes (mm).
S	Section des éprouvettes (mm^2).
CrI	Indice de cristallinité
Cr_{size}	Taille des cristallites
D	densité
K	Conductivité thermique (W/mK)

Liste des abréviations

Abréviations	Significations
FN	Fibres Naturelles ;
FV	Fibres Végétales ;
FPD	Fibre de Palmier Dattier
FMPD	Fibres de Mesh du Palmier Dattier ;
CRFN	Composites Renforcés de Fibres Naturelles ;
CRFV	Composites Renforcés de Fibres Végétales
CRFPD	Les Composites renforcés de fibres de palmier dattier ;
CPO	Ciment Portland Ordinaire ;
MEB	Microscope Electronique à Balayage ;
MO	Microscope optique ;
GL	Longueur entre les mors de la machine d'essai de traction ;
DSC	Analyse calorimétrique différentielle.
FTIR	Analyse par spectrométrie Infrarouge.
DRX	Diffraction des rayons X.
ATG	Analyse Thermogravimétrique
ATD	Analyse Thermogravimétrie Dérivée.
Teq CO2	Tonnes équivalent de CO2

Introduction générale

En raison de l'augmentation des problèmes de l'environnement ainsi que les réglementations internationales strictes sur les émissions de gaz à effet de serre, la recherche d'infrastructures vertes, économiques et performantes, entrainant un compromis entre la durabilité environnementale et la résistance à long terme est nécessaire. À cet effet, la valorisation des déchets agricoles et leur utilisation dans le développement des composites durables, en matière de technologie verte, pour diverses applications représente actuellement l'une des solutions la plus considérer. Cette stratégie-là plus adoptée et la plus prometteuse impose aux chercheurs dans l'industrie de la construction et de la fabrication d'intégrer les fibres végétales comme élément de renforcement pour les matériaux de construction. Ceci permet d'améliorer leur résistance, durabilité et l'isolation thermique, ainsi qu'il contribue à la valorisation des matériaux locaux et à la réduction des coûts de construction et de l'énergie consommée pour le chauffage ou la climatisation.

Une analyse profonde de ce concept nous indique que l'idée de renforcement des matériaux composites par des fibres naturelles à attirer de nombreux chercheurs. Ceci est dû au fait que les fibres naturelles sont écologiques et possèdent une densité à l'entour de moitié de celle de la fibre de verre, elles sont disponibles sous forme fibreuse en grande quantité dans de nombreux pays, leur extraction et leur traitement sont faciles, elles représentent une source renouvelable et continue. En effet, de nombreuses fibres naturelles en été proposées comme renforcement pour des matrices thermoplastiques, thermodurcissables et inorganiques afin de remplacer des matériaux de construction et/ou d'isolation thermique classiques par des biocomposites naturels, à savoir le lin, le jute, le sisal, le kenaf, les fibres du palmier et d'autres fibres.

En raison de leur forte disponibilité, suivie par leur taux élevé de déchets régénérés, les palmiers dattiers constituent l'un des éléments agricultures les plus abondantes dans la nature, spécialement en Algérie. L'Algérie compte parmi les pays fondamentaux dans la culture et la production de palmiers dattiers, soit 14 % de la production mondiale de dattes en 2017 avec un total de plus de 20 millions de palmiers, qui produisent aussi d'énormes quantités de déchets agricoles, qui sont généralement jetés ou brulé chaque année après la saison de récolte de dates, à l'exception d'une petite quantité qui est utilisée pour des produits artisanaux. Nous nous intéresserons dans la présente thèse aux fibres issues de la surface extérieure (autour du

tronc) de l'arbre de palmier dattier, appelées Fibre de Mesh du Palmier Dattier (FMPD). L'objectif ici est d'identifier globalement la valeur socio-économique et scientifique des FMPD afin d'élaborer des bio-composites renforcés par ce genre de fibres, et d'apporter une contribution à l'identification du comportement et des propriétés de ce type de biocomposites naturels pouvant être utilisés pour leurs propriétés mécaniques et thermiques intéressantes.

Pour concrétiser cet objectif, le travail de recherche présenté ici s'inscrit dans le cadre d'un programme scientifique qui a été lancé au niveau du laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux (LMANM). Ce travail de thèse est structuré en quatre chapitres comme suit :

Le premier chapitre est divisé en deux parties : la première est consacrée à une étude bibliographique, qui se focalise tout d'abord sur l'examen des caractéristiques des fibres végétales, et plus spécifiquement sur les fibres de Mesh de Palmier Dattier (FMPD). Un état de l'art global et assez général de l'état actuel des FMPD dans le monde et en Algérie ont été abordée, soulignant leurs principales caractéristiques physiques, thermiques et mécaniques, y compris leurs avantages et inconvénients. La deuxième partie est dévouée aux différentes études ayant montrées les effets de l'incorporation des fibres végétales (FV), notamment les FMPD sur le comportement mécanique des composites à base de mortier, leurs différentes applications ainsi que leurs enjeux énergétiques comme isolateur thermique dans l'industrie de construction. Une synthèse des travaux, trouvé dans la littérature, réalisés sur les fibres de palmier dattier ainsi que les biocomposites renforcées par ce type de fibre est une partie intégrante de ce chapitre.

Le deuxième chapitre décrit de façon détaillée le matériau utilisé dans cette étude, ainsi que les différentes techniques expérimentales de caractérisation pour l'évaluation des propriétés physico-chimiques et mécaniques des FMPD utilisées ainsi que les biocomposites développés. Le microscope optique (MO) ainsi qu'à balayage électronique (MEB) ont été utilisés pour identifier la morphologie, plusieurs techniques ont été utilisées pour la caractérisation physico-chimiques des FMPD à savoir : la spectroscopie infrarouge à transformer de Fourier (FTIR), la diffractométrie à rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG), la calorimétrie à balayage différentiel (DSC). De plus, les caractéristiques mécaniques des FMPD en traction ainsi que celle des biocomposites développés et testés en flexion et compression ont été aussi présentés. En raison de

l'incompatibilité entre la fibre hydrophile et la matrice cimentaire hydrophobe, des traitements chimiques par différents pourcentages de NaOH et temps d'immersions des FMPDs sont effectués, afin de confer aux fibres une rugosité conduisant à une adhérence fibre/matrice plus forte. Enfin, pour diminuer le nombre d'essais mécaniques et réduire le coût expérimental, deux plans d'expériences ont été développés l'un par la méthode de Taguchi pour les FMPD et l'autre par la méthode de surface de réponse (RSM) pour les biocomposites élaborés.

Les résultats obtenus des tests effectués pour l'étude morphologique faite par MEB et MO, et les caractérisations physico-chimiques (FTIR, ATG, DSC, DRX) des FMPD sont présentés et discutés dans le troisième chapitre. De plus, les résultats expérimentaux des tests de traction des FMPD sont difficiles à analyser en raison de la grande dispersion des résultats, pour cela, une étude statistique basée sur la méthode de Weibull, s'avère nécessaire pour estimer la variabilité des propriétés mécaniques expérimentalement obtenues.

Le quatrième chapitre est consacré à l'interprétation des résultats expérimentaux obtenus lors des essais de flexion 3-points et de compression effectués sur les bio-mortiers élaborés par le plan d'expérience RSM, afin d'identifier leur comportement (contrainte/déformation) et déterminer leurs caractéristiques mécaniques (contraintes à la rupture, déplacements ultimes et module de Young) après 28 jours de séchage. Afin d'optimiser les propriétés mécaniques précitées, une analyse ANOVA a été développée, permettent de donner le meilleur choix des paramètres d'élaborations des bio-mortiers à savoir : la teneur en fibres FMPD (%), sa longueur (mm), son traitement : % du NaOH et temps d'immersion (h), conduisant à la maximisation des caractéristiques mécaniques des biocomposites sollicités en flexion ou en compression. Enfin, des études statistiques faites par l'introduction de la fonction de désirabilité permettant de sélectionner les 10meilleures combinaisons qui conduisent à obtenir les caractéristiques mécaniques maximales des biocomposites testé en flexion ou en compression.

La thèse s'achève par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats obtenus suivie par une présentation des perspectives à envisager lors des études complémentaires éventuellement prochaines.

CHAPITRE I

Synthèse bibliographique sur les fibres du palmier dattier et les biocomposites fibres/ciment

I.1 Introduction

Le but de ce chapitre est orienté vers l'étude bibliographique des différentes fibres naturelles, notamment les fibres végétales issues des troncs de l'arbre du palmier dattier appelées Mesh (FMPD), et ceux comme élément de renforcement fibreux dans les composites de construction à base d'une matrice cimentaire, particulièrement le mortier. Deux parties à travers ce chapitre sont abordées :

- La première partie est consacrée à la synthèse bibliographique, en vue de donner un aperçu général sur les palmiers dattiers, ses composants, les différentes fibres issues de cette plante. Les divers aspects qui entourent la compréhension du comportement mécanique et thermo-physique des fibres de mech du palmier dattier (FMPD) sont exploités, sans oublier l'étroite relation entre la composition chimique et les propriétés physiques et mécaniques ;
- La deuxième partie examinée les différentes études ayant montrées les effets de l'incorporation des fibres végétales (FV), notamment les FMPD sur le comportement mécanique des composites à base du mortier, leurs différentes applications ainsi que leurs enjeux énergétiques comme isolateur thermique dans l'industrie de construction. Une synthèse des travaux trouvés dans la littérature ainsi réalisée sur les fibres de palmier dattier autant que les bio-composites renforcés par ce type de fibre est une partie intégrante de ce chapitre.

I.2 Synthèse bibliographique sur les fibres naturelles

Depuis quelques années, les contextes économiques et écologiques ont poussé les industriels à donner plus d'importance aux fibres naturelles (FN) ainsi que leur utilisation dans les composites. C'est ainsi que la production de matériaux écologiques et durables à partir de matériaux naturels se développe considérablement, il est donc important d'utiliser des matériaux captant et stockant le CO2. La valorisation des déchets naturels dans des nouvelles applications allant de la construction et de l'automobile jusqu'aux composants aérospatiaux a été développée [1]. Cependant, comparées aux fibres artificielles, les fibres naturelles sont de compositions biologiques particulièrement complexes, présentent plusieurs avantages notamment leur disponibilité sous forme fibreuse avec un faible cout, leur biodégradabilité ainsi qu'un faible effet environnemental [2], ceci a encouragé les recherches à faire des études sur des matériaux composites à base de fibres naturelles ce qui a conduit à une augmentation de leur utilisation dans diverses industries.

I.2.1 Les fibres végétales : présentation, ressources et classification

Sous l'appellation "fibres" se cache une grande famille de matériau qui a été introduite dans les communautés techniques, scientifiques et industrielles comme de nouvelles applications [3]. Elles sont classées selon leur origine (naturelles, synthétiques et artificielles), leur forme (droite, ondulée, aiguille, … etc.), leur dimension (macro ou microfibre) et aussi par leurs propriétés mécaniques [4-5]. Cependant, pour faire un choix de telles fibres à utiliser pour une application donnée, il faut tenir compte de la compatibilité de la fibre avec la matrice, ainsi que la qualité et la performance du bio-composite [6].

Les fibres végétales, dites encore fibres ligno-cellulosiques, sont des extensions cellulaires fine, principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines, et de pectines [7-8], on les trouvait sous deux formes : soit isolée, soit regroupée avec d'autres fibres. La grande famille des fibres naturelles peut regrouper différentes catégories de fibres suivant leur origine [9-10]. Ainsi, on distingue (Figure I.1) :

- ✓ Les fibres d'origine animale (protéiques) qui se subdivise en :
  - − laine (mouton, chèvre, lapin, lama, vigogne) ;
  - − soie (ver à soie) ;
  - − poils (alpaga, cachemire, chameau, mohair).

- ✓ Les fibres d'origine minérale (silicatées) : Tourbe, verre, amiante, basalte, carbone, métaux ;
- ✓ Les fibres d'origine végétale (cellulosiques), elles sont subdivisées aussi en fonction de leurs origines botaniques (bois ou plantes) et leurs localisations dans la plante :
  - Les fibres extraites du tronc ou des tiges (tronc de cocotier, tiges de bananier, tronc de palmier) ;
  - Les pailles (de riz, de blé) ;
  - Les fibres libériennes, extraites de la partie extérieure de la tige dans le liber (kénaf, lin, chanvre, jute) ;
  - Les fibres extraites des feuilles (abaca, sisal) ;
  - Les fibres extraites des graines ou des fruits (coton, kapok).

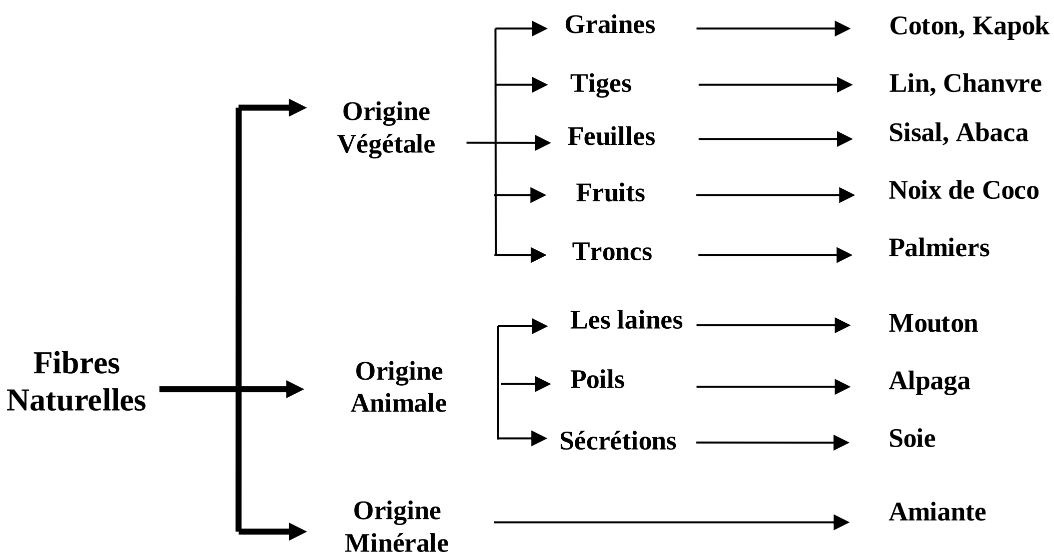


Figure I.1: Types et sources des fibres naturelles [7].

I.2.2 Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres naturelles (FN) ont suscité un intérêt croissant en tant qu'un élément de renforcement pour les systèmes matriciels (polymère, inorganique ou combinaison des deux), qui a donné lieu à des recherches approfondies dans plusieurs disciplines (secteur civil, militaire, industriel, spatial et biomédical …etc) et qui cherchent à développer et à intégrer des nouveaux matériaux écologiques et biodégradables, dû à leurs propriétés mécaniques intéressantes [11-12]: (i) la réduction des coûts et poids (ii) la réduction des impacts des

produits industriels sur l'environnement et (iii) renouvelables (Tableau I.1). Par conséquent, l'application est restée longtemps limitée aux assemblages non structurels, dont la raison réside dans les défauts traditionnels des composites, compté la faible résistance (mécanique et aux chocs), la dégradation par voie humide et l'incompatibilité formelle fibre/matrice …etc. Des recherches récentes [13-14-15-16] adaptés pour les fibres naturelles permettent d'améliorer les propriétés mécaniques ainsi que l'adhésion des fibres à la matrice et de limiter l'absorption d'humidité.

Les fibres végétales présentent aussi un certain nombre d'inconvénients qui résultent principalement du caractère naturel. Par conséquent, la forte variabilité des propriétés structurales, le climat, l'âge de la plante et la composition chimique entraînent une modification dans leurs propriétés mécaniques et thermo-physiques. À titre d'exemple, la teneur en cellulose qui est le principal composant d'une fibre végétale, dont leur quantité influe directement sur les propriétés mécaniques de la fibre, varie en fonction de l'âge de la plante.

Tableau I.1: Avantages et inconvénients des fibres naturelles [1].

Avantages	Inconvénients
o Disponibilité importante et renouvelable o Cout plus faible o Une biodégradabilité remarquable o Pas d'émission de $CO2$ (absorption) o Rigidité et insonorisation o Un bon comportement énergétique o Grande résistance à la rupture o Excellent module spécifique o Abrasion réduite de l'outillage	o Mauvaise stabilité dimensionnelle o Faible résistance à l'humidité o Faible adhésion interfaciale o Interaction hydrophiles/hydrophobes o Incompatibles avec les thermoplastiques o Conditions d'utilisations limitées en température o Absorption de l'eau o Dispersion des propriétés

I.2.3 Les palmiers dattiers comme source des fibres végétales

Une très grande variété de fibres végétales existe dans la nature, parmi lesquelles les fibres de mesh issues de l'arbre du palmier dattier (FMPD) sont l'un des déchets environnementaux les plus couramment utilisés (Figure I.2.a), qui ont été abordées dans de nombreuses études de recherche éprouvées par une variété d'applications [17-18-19-20]. Une

analyse profonde de ce concept nous indique que depuis longtemps, le palmier dattier possède une originalité profonde dans la vie sociale et économique des oasiens, elle constitue la principale production en termes de formation des revenus agricoles dans les régions sahariennes et/ou l'une des cultures commerciales les plus importantes du monde arabe. Étant donné que les palmiers dattiers (Date palm fibres DPF en anglais) originaires du nom latin *Phoenix-Dactylifera L* (soit *Phoenix* = phénicien, *Dactylus* = dattes *et fero* = je porte c'est-à-dire symbole de vie*)* est une plante monocotylédone pérenne dioïque qui appartient à la famille des Arecaceae [21].



a) b)

Figure I.2: Les palmiers dattiers, source des fibres naturelles :
a) déchets des palmiers dattiers b) arbres palmiers dattiers.

Le palmier dattier (Figure I.2.b) est une source de produits d'une grande diversité, il est cultivé dans une large entaille pour ses multiples utilisations en particulier pour ses fruits consommables et pour sa capacité de vivre aux conditions favorables des climats arides les plus sévères. Des dattes et des différents organes sont destinés à l'artisanat, à la construction, à la production d'énergie, au fourrage, à l'utilisation thérapeutique et cosmétique. Sa présence permet de créer un microclimat permettant de développer de diverses formes de vie animale et

végétale indispensables pour le maintien et la survie des populations du désert. Les produits obtenus ont des bienfaits que l'on ne retrouve pas au niveau des produits industriels, ce sont des produits biologiques, naturels et sans addition de produits de synthèse.

Les organes du palmier dattier (Figure I.3) sont disponibles en quantités appréciables, une estimation moyenne [22] a été réalisée sur terrain par comptage des résidus de récolte (Tableau I.2). Les quantités de ces organes dépendent des caractéristiques phylogénétiques des cultivars, des conditions de culture et de l'âge des palmiers.

Tableau I.2. Nature et quantités des organes issus d'un palmier [22].

Organe de palmier dattier	Moyenne par palmier
Palmes sèches (Kg)	22
Régime (Kg)	11
Pétioles (Kg)	9-25
Mesh (lif) (Kg)	3-10



Figure I.3: Différentes fibres végétales extraites des organes du palmier dattier [22].

I.2.4 Importance socio-économique du palmier dattier en Algérie

Par sa présence dans les zones désertiques, le palmier dattier constitue la base de l'économie oasienne, il est en quelque sorte la force motrice entraînant et facilitant d'autres activités agricoles, industrielles et commerciales. Il joue alors un rôle très important sur le plan

écologique, ou il permet de limiter les dégâts d'ensablement et protège les cultures sous-jacentes, contre le rayonnement solaire intense [23]. Sur le plan socio-économique, la datte constitue une source de revenus très appréciable pour plus de 100000 familles du Sud algériens avec 9 % des exportations agricoles [24]. Il fournit non seulement des dattes (près de 8 millions de tonnes produites chaque année) [25], mais également divers matériaux destinés à l'artisanat, à la construction ou à la production d'énergie. L'Algérie compté parmi les pays fondamentaux dans la culture et la production de palmiers dattiers, soit 14 % de la production mondiale de dattes, classée en deuxième place en termes de superficie fructueuse qui est estimée plus de 168000 ha en 2018 [15, 26] (Tableau I.3).

Tableau I.3: Superficies fructueuse dans les pays arabes [26].

Pays	**espaces fructueux x 1000 Ha**			**Pays**	**espaces fructueux x 1000 Ha**		
	2016	**2017**	**2018**		**2016**	**2017**	**2018**
Irak	310,24	439,50	439,50	**Soudan**	37,21	37,14	39,00
Algérie	167,28	167,66	168,86	**Emirats AU**	37,65	36,40	38,12
Arabie Saoudite	145,52	108,13	116,13	**Libye**	32,36	32,62	32,18
Maroc	58,12	58,32	59,13	**Oman**	24,24	24,62	32,00
Tunisie	61,24	64,40	49,01	**Yémen**	13,09	13,85	13,82
Egypte	49,74	50,27	47,57	**Mauritanie**	9,19	9,30	9,22

Les palmiers dattier en Algérie constituent plus de 48,25 % de la valeur totale des exportations agricoles et agroalimentaires, la production commence à marquer un certain dynamisme d'investissement, avec plus de 20 millions de palmiers dattiers [15], dont plus de16 millions de palmiers fruitiers productifs (Tableau I.4), regroupant près d'un millier de variétés. Menée d'un territoire saharien très large (2.000.000 km2), elle possède plus de 1000 variétés de palmiers dattiers, dont Deglet Nour, Ghars et Mech Degla, sont les plus reconnus commercialement [12], qui produisent aussi d'énormes quantités de déchets agricoles, généralement jetés, à l'exception de petites quantités utilisées pour des produits artisanaux [26].

Tableau I.4: Palmiers fruitiers productifs dans les pays arabes [26].

Pays	Arbres fruitiers x 1000 arbres			Pays	Arbres fruitiers x 1000 arbres		
	2016	2017	2018		2016	2017	2018
Algérie	15733,62	15638,61	16137,38	**Tunisie**	/	/	5074,00
Irak	15637,23	15300,76	15139,00	**Qatar**	531,02	524,51	567,528
Egypte	13618,00	/	13625,00	**Jordan**	225,70	236,99	228.25
Oman	6569,00	6701,00	6861,00				

Selon les statistiques récentes disponibles [22, 26, 27], la localisation des cultures du palmier dattier en Algérie, est essentiellement dans les wilayas sahariennes, le rendement moyen au niveau national était plus de 50 kg / palmier. D'une manière générale, en plus de sa production de dattes pour l'alimentation humaine, le palmier dattier, offre un large éventail de sous-produits, la liste suivante résume les différents produits qui peuvent être obtenus par l'utilisation des dattes [12].

- Vinaigre, l'alcool et les levures, par fermentation microbiologique des dattes ;
- Farines dattiers utilisées dans la transformation en pain ;
- Jus de dattes, utilisé comme sucrerie ;
- Régimes de dattes, comme balais traditionnels, et combustibles ;
- Liffe pour la confection des semelles de chaussures ;
- Tronc d'arbre, utilisé dans l'ébénisterie traditionnelle, bois de chauffage et charpentes de bâtiments ;
- Palmes sèches, utilisées comme clôtures, brises vent, dans la confection de couffins, de chapeau, etc., ils peuvent même servir en industrie de papier ;
- Lagmi, boisson très recherchée par la population locale, représentant la sève qui s'écoule du stipe.

Tableau I.5: Pays arabes producteurs des palmiers dattiers [26].

Pays	Production x 1000 MT			Pays	Production x 1000 MT		
	2016	2017	2018		2016	2017	2018
Egypte	1549,26	1542,11	1542,11	**Oman**	355,50	360,92	368,81
Algérie	1029,60	1058,56	1094,70	**Emirats AU**	363,63	347,03	345,12
Arabie Saoudite	964,54	754,76	1427,51	**Tunisie**	242,00	260,00	305,00
Irak	615,21	618,82	646,16	**Libye**	173,55	174,58	173,68
Soudan	439,12	439,36	452,3	**Maroc**	66,60	129,56	111,70

Les régions phoenicicole les plus productrices en Algérie se situent généralement au sud de l'atlas saharien et couvrent 17 wilayas. La wilaya de Biskra et la première région phoenicicole avec 27,4 % de la superficie totale, 23,1 % du nombre total de palmiers dattiers et 41,2 % de la production nationale de dattes. Elle est suivie par la wilaya d'El Oued (Figure I.4). Les variétés de dattes sont nombreuses mais seules quelques-unes ont une importance commerciale. Les principales variétés de dattes produites en Algérie selon le rapport sur le commerce extérieur des dattes [28], sont les suivantes Deglet : Nour, Ghars, Beida ou Garbaî.

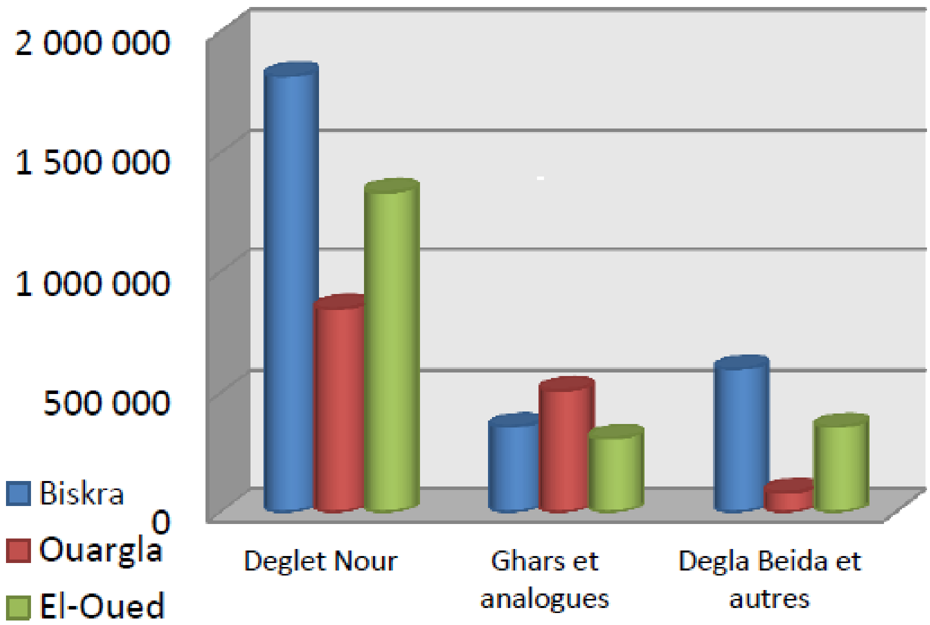


Figure I.4: Quantités commercialisées de dattes par régions et catégories (Qx) [28].

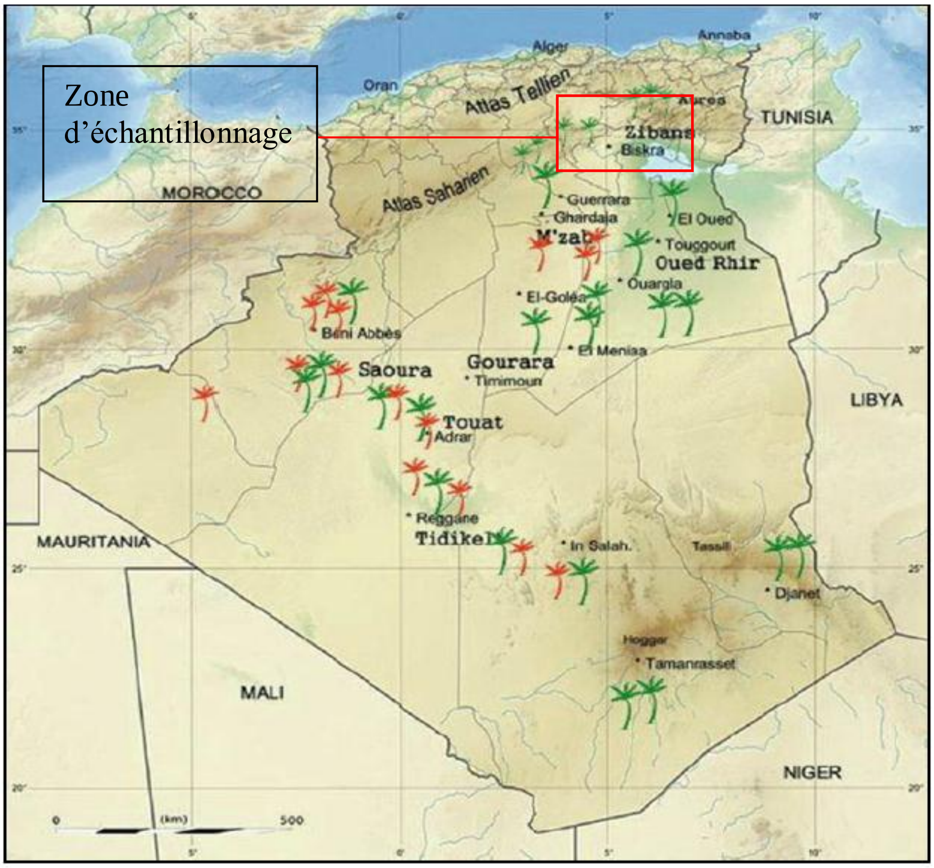


Figure I.5: Distribution des palmiers dattier en Algérie et zone d'échantillonnage.

I.2.5 Caractéristiques morphologiques et botaniques de l'arbre de palmier dattier

Le palmier dattier est une plante à fleurs monocotylédone, appartient à la famille des Palmae (Arecaceae). Les monocotylédones ont une organisation différente, ils n'ont pas de cambium (une couche mince située entre le bois et l'écorce). Le bois de palmier présente une structure et des propriétés bien différentes de celle des autres arbres. En effet, le palmier est un arbre géant de 20 à 30m d'hauteur, au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles pennées ayant des longueurs de 4 à 7 mètre. Le palmier dattier (Figure I.6) porte des inflorescences mâles ou femelles et se constitue principalement de [29-30] :

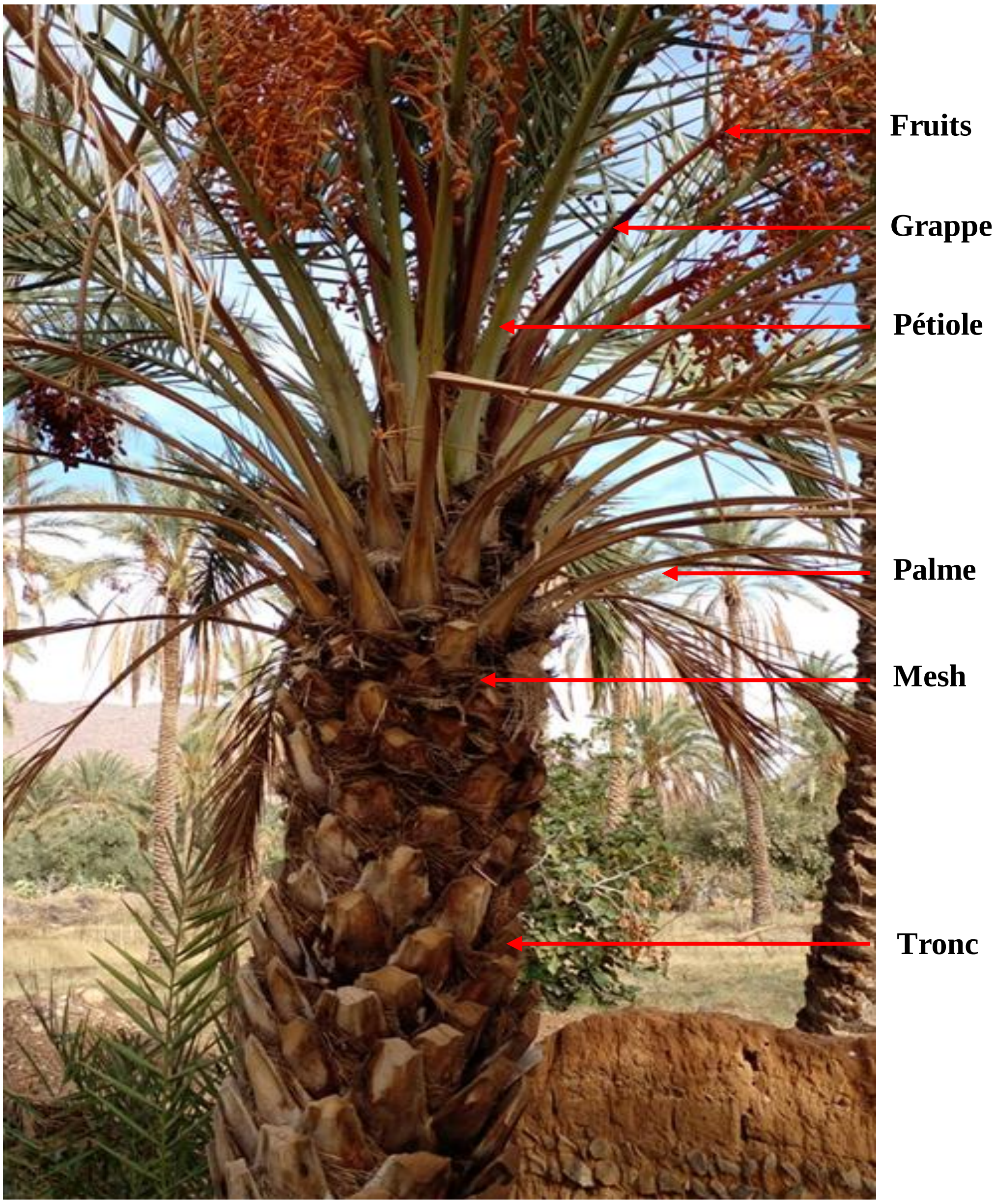


Figure.I.6 : Différentes parties d'un palmier dattier (photos de l'auteur de cette thèse).

a) **Stipe :** Est le tronc des arbres non ramifiés, il a un port élancé de couleur brune, lignifié, recouvert des bases des pétioles des anciennes palmes desséchées. Leur distance peut dépasser 20 mètres (Figure I.6). Le stipe est généralement cylindrique et doté d'un seul bourgeon terminal qui initie des palmes assurant sa croissance en longueur.

b) **Palmes** (ou feuille) : Les palmes ou « Djérid » (Figure I.7) sont les feuilles du palmier, dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole. L'ensemble des feuilles au sommet du stipe est appelé couronne ; elle peut faire jusqu'à 7 mètres d'envergure. Chaque année, le palmier dattier produit un

certain nombre de palmes à partir du bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement qui ne tombe pas comme c'est le cas des autres arbres, mais elles seront coupées par les fermiers pendant l'entretien annuel [31-32].

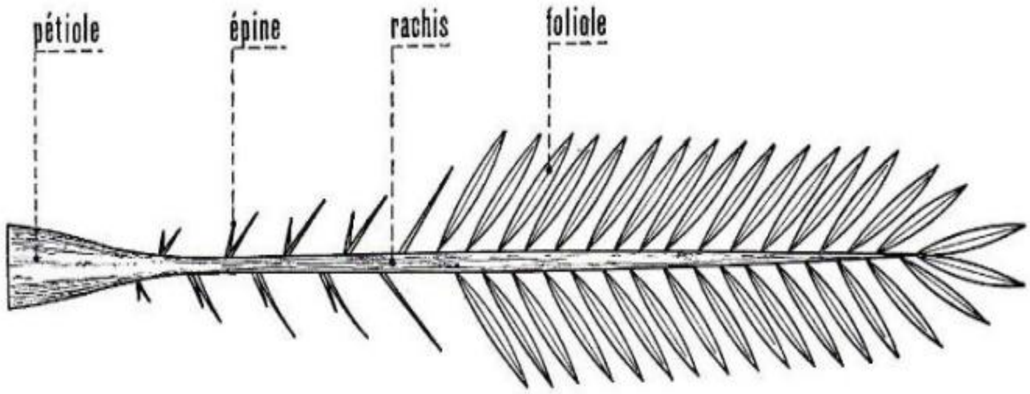


Figure I.7 : Schéma d'une palme de palmier dattier [33].

Pétiole : Le pétiole est une branche de 50 cm à plus d'un mètre de longueur, il forme la base de la palme qui est composée d'un rachis sur lequel s'insèrent les folioles à sa tête et les épines à sa base formant des pennes. Alors que le pétiole et le rachis forment une nervure au niveau de leurs axes qui peut dévier par rapport à sa direction initiale et peut également se tourner par rapport à un plan vertical car il est naturellement flexible sous l'effet de la pesanteur (Figure I.7).

c) **Fibrillium** : Faisceaux de fibres qui entourent le stipe, on l'appelle aussi fibres de surface de palmier dattier, mesh ou encore Lif. Il est constitué de la superposition de trois couches, formé d'une plaque presque rectangulaire de longueur 300-500 mm et de largeur de 200-300 mm. Le rôle écologique des fibres de surface de palmier dattier est le renforcement du tronc et de le protéger contre les chocs extérieurs et la chaleur du désert. Pendant l'entretien annuel des palmiers, chaque palmier dattier peut se libérer d'environ 3 à 10 kg de Fibrillium [22].

d) **Bras de grappe** : est la partie qui supporte le bouquet de fruits (qui peut contenir plus de 1000 dattes) du palmier, d'une manière similaire à celui des bananes. Il est attaché au palmier par la hampe, qui est tellement résistante qu'elle doit être sciée pour être décrochée.

e) **Dattes** (fruits) : les fruits de palmiers dattiers sont des baies de forme ovale près de 3 à 5 cm de long, récoltées généralement en automne dépendant des variétés. La chair très sucrée entoure la graine, leur couleur varie du rouge lumineux au jaune lumineux selon les variétés ; elles seront ensuite séchées au soleil. Un palmier dattier peut produire de 10 à 100 kg par an.

I.2.6 Implémentation et domaines d'applications

En raison de leurs propriétés physiques, mécaniques, thermiques et écologiques compétitives, l'utilisation de fibres végétales seules ou comme renfort dans les matériaux composites suscite un intérêt croissant dans l'industrie automobile [34], de la construction [35, 36, 37] et des loisirs [38]. Les propriétés des composites à renfort de fibres végétales ainsi que leurs avantages ont été abordées dans de nombreuses études de recherche. Les fibres végétales, telles que le sisal [39], le jute (Zhou) [40, 41], le chanvre [42], le lin [43], le palmier [14, 15, 44, 45, 46], peuvent être utilisées comme renfort pour les matrices polymères du type époxy, polyester, PVC, PE ou PP ou les matrices organiques à la place des fibres synthétiques (verre, Kevlar, carbone...). Cette substitution offre de nombreux avantages :

- **Economique :** la disponibilité des fibres végétales sous forme fibreuse permet la réduction des coûts grâce à des temps de cycle de production considérablement réduits, d'où une économie d'énergie ;
- **Technique :** propriétés mécaniques du même ordre que celles des fibres synthétiques notamment les fibres de verre, usure des outils réduite, grande stabilité géométrique des pièces fabriquées, bonnes caractéristiques d'isolation ;
- **Environnemental :** ressource renouvelable, biodégradable, facile à recycler, aucune toxicité matérielle, teneur réduite en combustibles fossiles, matériaux neutres en CO_2.

I.2.6.1 Déchets agricoles des FPD pour le secteur de la construction

Les fibres végétales (FV) commencent à s'imposer dans le domaine des éco-matériaux de construction où elles sont utilisées comme renforçantes et/ou isolantes, en raison de leurs nombreux avantages tels que faible densité et coûts relativement bas [47, 48]. À l'heure actuelle, non seulement les constructeurs, mais également de nombreux propriétaires de maisons sont intéressés à utiliser des bio-composites dans les terrasses, les clôtures, revêtements des mures et comme isolateurs … etc. (Figure I.8). Dans ce conteste, un mélange

de particules de chanvre broyés agglomérés avec un liant à base de chaux pour confectionner des mortiers et des bétons dont la porosité permet d'obtenir de bonnes propriétés thermiques. Outre, l'isolation des toitures, le béton de chanvre est utilisé pour la réalisation de dalles isolantes ou le montage de murs. Si l'on analyse la problématique sous l'angle des gaz à effet de serre, les fibres végétales stockent le carbone pendant la durée de vie du bâtiment soit une centaine d'années.



Figure I.8: Applications des bio-composites renforcés par des fibres naturelles, utilisés dans les constructions [50].

Les bio-composites peuvent être classés, en ce qui concerne leurs applications dans l'industrie du bâtiment, en deux groupes principaux : les bio-composites structuraux et non structuraux [25]. Un bio-composite structurel, est celui qui est nécessaire à supporter une charge élevée en cours de son utilisation. Par exemple, les murs porteurs, les escaliers, les

systèmes de toiture et les sous planchers. Les composites renforcés de fibres végétales (CRFV) ont été expérimentés par plusieurs chercheurs pour leur adéquation à cette application, les poutres structurelles renforcées de fibre de chanvre, ont étés testées, donnant de bons résultats [49]. En revanche, les bio-composites non structurels peuvent être définis comme un bio-composite qui n'a pas besoin de porter de charge pendant le service et ils sont utilisés pour des produits tels que les dalles de plafond, les meubles, les fenêtres et les portes …. etc. (Figure I.8). Ces bio-composites sont généralement constitués de matrices thermoplastiques ou cimentaire renforcées par des particules de fibres végétales ou de bois. Les composites renforcés de fibres de palmier dattier (CRFPD) sont conçus parmi les fibres les plus adéquates à ce genre d'application [50].

I.2.6.2 Composites bio-fibrés dans le secteur automobile

Actuellement dans les pays développés, environ 75% du poids total des véhicules à la fin de leur usage, est recyclé, dont 25% sous forme de résidus sont éliminés en raison de leur complexité, la réduction de ce pourcentage reste un défi majeur pour les constructeurs automobiles. L'intégration des FV dans les matrices thermoplastiques, permet de prolonger le facteur de durée de vue d'un véhicule de 5%, plusieurs types de fibres naturelles telles que le coco, le jute, le chanvre, le lin et le sisal et le palmier dattier, ont été utilisés dans ce contexte en raison de leurs propriétés souhaitées. Par exemple, une amélioration des panneaux de porte et autres éléments intérieurs a été réalisée par BMW et Citroën par l'ajout de fibres de lin, de jute ou de sisal en vue d'augmenter leur capacité à l'isolation thermique et acoustique (Figure I.9). De plus, l'utilisation des fibres végétales a permis d'obtenir une réduction de masse remarquable allant jusqu'à 20 % des panneaux de porte afin d'améliorer encore la protection des passagers en cas d'accident [51].

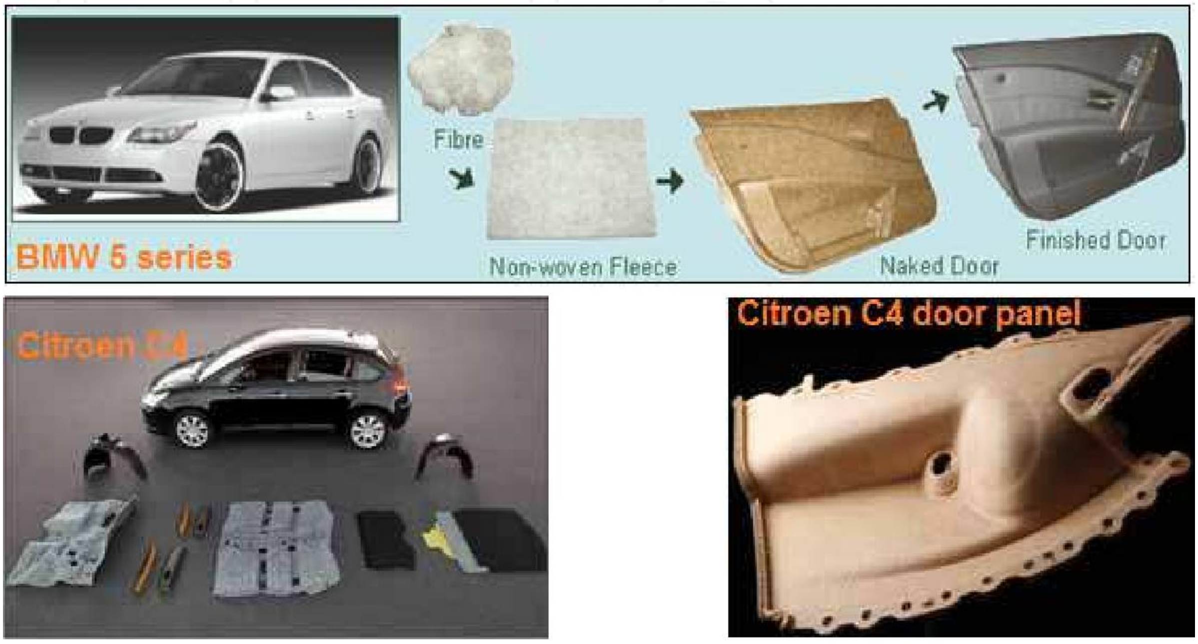


Figure I.9: Composants des voitures fabriqués à partir des bio-composites renforcés de fibres végétales [29].

I.2.6.3 L'industrie électronique

Parmi les diverses applications qui ont été affectées par l'utilisation pratique de FV jusqu'à présent est l'industrie électronique, le renforcement des produits électroniques par du nano-cellulose à posséder deux propriétés essentielles : une vitesse sonique élevée et une faible perte dynamique. En effet, la vitesse sonique du film de certaines FV était presque équivalente à celles de l'aluminium et du titane. Jonas et Farah [52] ont déclarés que SONY avait déjà utilisé ce type d'application dans le diaphragme des écouteurs (Figure I.10).



Figure I.10: Application des fibres végétales dans le secteur électronique [52].

I.2.6.4 Secteur médical et pharmaceutique

Les sous-produits de cellulose sont utilisés depuis longtemps dans l'industrie pharmaceutique et médicale, étant donné que les composites bio-fibrés récemment développés montrent une biocompatibilité intéressante au niveau cellulaire. Récemment, la nano-cellulose qui hautement applicable à l'industrie biomédicale a été appelée les yeux d'un biomatériau, qui comprend des substitues de peau pour les brûlures, système de libération de médicaments, croissance des vaisseaux sanguins, reconstruction des nerfs, des gencives, échafaudages pour l'ingénierie tissulaire, couverture d'endoprothèse et reconstruction osseuse (Figure I.11) [53].



Figure I.11: Application des fibres végétales dans le secteur médical [54].

I.3 Comportements thermo-physique et mécanique des fibres de palmier

L'utilisation des fibres de mesh des palmiers dattiers (FMPD) pour des applications industrielles en tant qu'un élément de renforcement dans des matrices polymères, inorganiques ou autres est une préoccupation relativement nouvelle. Ainsi, pour reconnaître les limites et les performances des composites renforcés par ce type de fibre, il est nécessaire d'identifier leurs propriétés chimiques, physiques, mécaniques et thermiques. Les sections suivantes portent sur les discussions des investigations effectuées et rapportées sur les propriétés précitées des fibres de palmier dattier (FPD) en général et en particulier sur les FMPDs.

I.3.1 Composition chimique et structure des FPDs

Globalement, chaque pays a des conditions climatiques et géographiques différentes qui ont une influence sur la composition chimique et la structure des fibres naturelles (FN) [55]. Par conséquent, la composition chimique du FPD varie d'un pays à l'autre, comme le montre le tableau I.6, qui résume également la composition chimique des différentes parties du FPD étudiée par différents chercheurs. En outre, il a été observé à partir de ces travaux que la somme de tous les constituants indiqués pourrait ne pas atteindre 100 %, ceci peut être expliqué par le fait que certains constituants des fibres non pas atteignent une quantité mesurable.

Tableau I.6: Composition chimique des différentes parties des FPDs pour différents pays.

Origine	Partie FPD	Cellulose (%)	Hémicelluloses (%)	Lignine (%)	Cendre (%)	Humidité (%)	Références
Algérie	Rachis	41,42	19,35	33,00	4,00	-	[56]
	Pétiole	33,79	20,44	26,03	3,70	-	[56]
	Mesh	43,94	21,68	27,80	1,55	9,0–10,0	[56]
	Mesh	43,00	8,00	35,00	1,20	-	[57]
Egypte	Rachis	-	-	25,80	3,40	-	[58]
	Mesh	48,00	19,00	24,00	-	-	[59]
	Mesh	57,06	16,97	13,09	-	-	[60]
Arabie Saoudite	Mesh	26,92	43,21	27,42	-	6,00–8,00	[61]
	Mesh	43,50	24,00	18,00	-	-	[62]
	Tronc	40,00	9,75	29,50	-	-	[63]
	Leaflet	47,14	16,13	36,73	-	-	[64]
Maroc	Rachis	39,80	31,40	14,00	9,20	10,00	[65]
	Tronc	34,00	28,90	18,2	12,30	7,90	
	Mesh	50,60	8,10	31,9	6,80	8,80	
Tunisie	Rachis	45,00	29,80	27,20	5,00	-	[66]
	Petiole	34,36	22,9	34,8	-	-	[67]
	Stipe	43,27	33,15	27,86	-	-	[68]
Iran	Rachis	38,26	28,17	22,53	5,96	-	[69]
	Petiole	23,00	-	31,00	-	-	[70]
	Tronc	27,00	-	38,14	-	-	

L'identification de la structure ou encore la composition chimique des fibres végétales (Figure I.12) et en particulier du FPD est cruciale pour déterminer leur pertinence dans différentes applications industrielles. Ainsi, les FPDs se composent principalement de fibrilles de **cellulose** qui sont intégrées dans la matrice de **lignine**, ces deux éléments sont considérés comme les composants structurels les plus cruciaux (Tableau I.7).

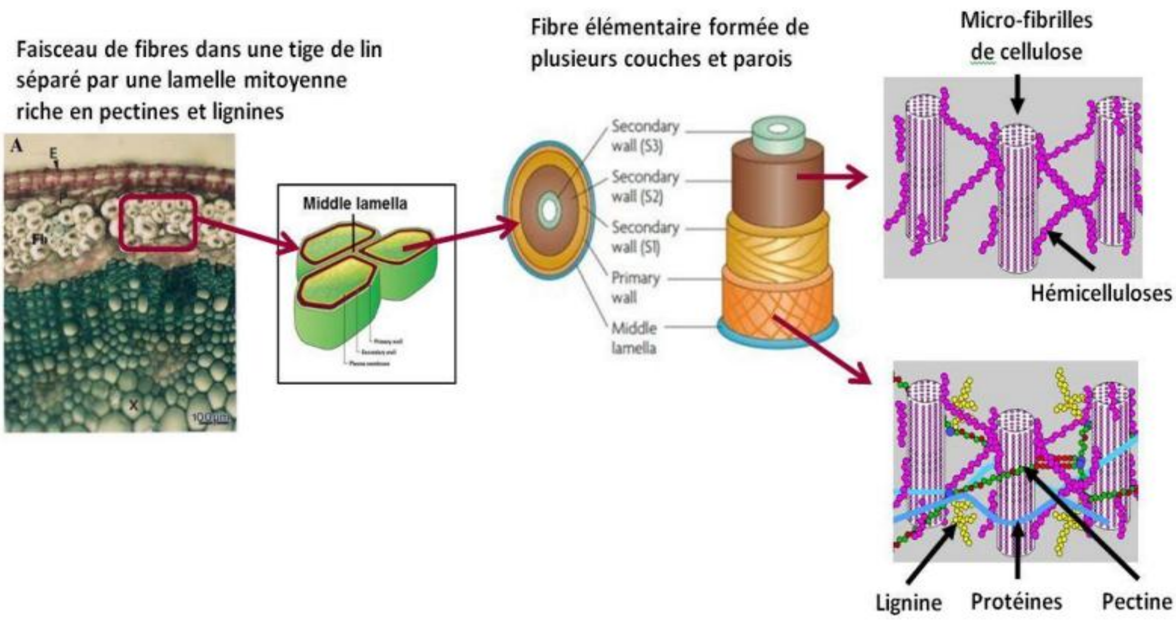


Figure I.12: Structure générale d'une fibre végétale [71].

Tableau I.7: Composition chimique moyenne des différentes parties du FPD [71].

Partie FPD	Cellulose (%)	Hémicelluloses (%)	Lignine (%)	Cendre (%)	Humidité (%)
Mesh	43,71	18,66	29,43	4,18	6,93
Rachis	39,93	26,48	25,20	4,81	10,00
Tronc	36,02	32,45	25,90	12,3	7,90
Pétiole	40,21	20,05	25,19	7,69	6,30

La cellulose se présente généralement sous la forme d'une tige mince qui ressemble à des micro-fibrilles cristallines, alignées sur la longueur des fibres [71, 72]. La nature de la

cellulose et sa cristallinité sont déterminées par la liaison hydrogène qu'elle contient, contrôlent ainsi les propriétés physiques et mécaniques du FPD. De ce fait, la cellulose est le principal constituant qui confère aux fibres la rigidité, la résistance et la stabilité, de plus, elle est très résistante aux agents oxydants, à l'hydrolyse et aux alcalis forts. Elle se dégrade dans une certaine mesure lorsqu'elle est exposée à des traitements chimiques pendant de longues durées.

Pareillement, les **hémicelluloses** (Figure I.12) sont des polysaccharides liés entre eux dans des chaînes ramifiées relativement courtes qui sont fortement associées à des micro-fibrilles de cellulose, incorporées dans une matrice. Ils sont de nature très hydrophile avec des poids moléculaires inférieurs à celui de la cellulose [26]. Alors que, la **lignine** est un polymère d'hydrocarbure aromatique complexe qui confère plus de rigidité aux plantes, elle facilite le transport de l'eau. Elle est hydrophobe, résiste à la plupart des attaques de micro-organismes, et l'hydrolyse acide, elle est généralement soluble dans les alcalis chauds, facilement oxydée et condensable avec le phénol [73]. En termes de performance des bio-composites, la lignine, les huiles et les cires doivent être éliminées pour une meilleure adhérence entre les FPDs et les systèmes matriciels, réalisant ainsi une liaison forte et efficace.

Une estimation suivie par une comparaison entre les valeurs moyennes de la composition chimique de la cellulose et de la lignine, développées sur la base des résultats rapportés dans le tableau I.7, ainsi confirmées par la figure I.13, peuvent démontrer la viabilité, la compétitivité et l'adéquation des FPDs en tant qu'un élément potentiel de renforcement dans les systèmes composites par rapport à d'autres fibres végétales (FV). L'analyse des résultats de la figure I.13 montre que les FPDs ont une valeur ajoutée par rapport à l'abaca, au sisal, au kénaf et au chanvre en raison de sa faible teneur en hémicellulose ou en lignine, qui peut réduire la capacité du FPD à absorber l'eau par rapport aux autres FV, ce qui peut la rendre approprié en termes de meilleur candidat pour le renforcement des bio-composites [31].

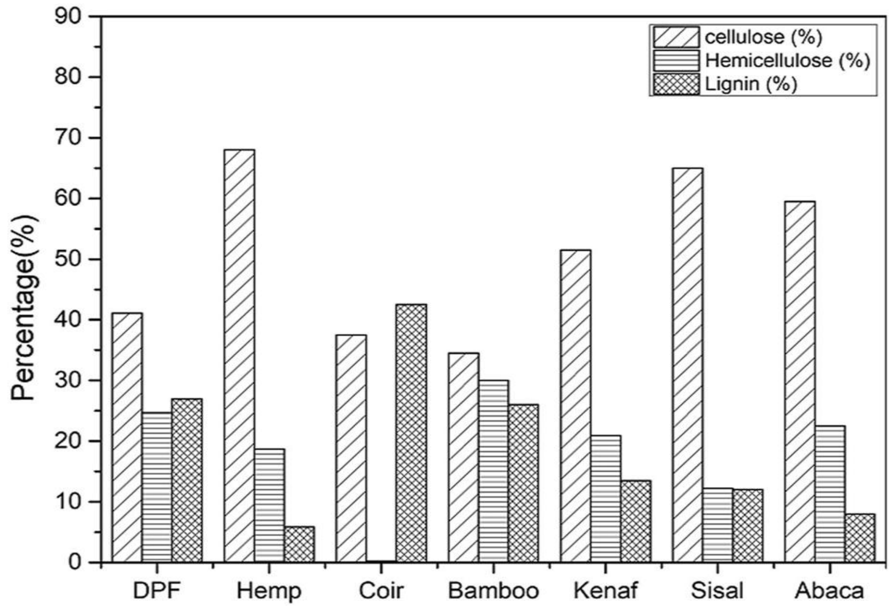


Figure I.13: Composition chimique des différents types de fibres végétales [31].

I.3.2 Propriétés physiques et thermiques des FPDs

La détermination des propriétés physiques des FPDs est essentielle pour évaluer leur éligibilité dans diverses applications industrielles. La structure, les dimensions des cellules, les défauts, le diamètre, la longueur et la densité sont les variables clés les plus importantes qui déterminent les propriétés physiques globales des fibres [34, 74].

Pour les fibres de mesh de palmier dattier (FMPD), leur densité moyenne a été déterminée par plusieurs chercheurs et elle se situe entre 0,78 et 1,09 g/cm^3 (Tableau I.8). La densité des FMPD est principalement inférieure à de nombreuses autres fibres végétales (FV) telles que : le chanvre, le sisal et le coco (Tableau I.9), cela peut donner une valeur ajoutée dans le domaine du développement des bio-composites renforcés par ces fibres trouvant ainsi des applications dans les industries de l'automobiles et même spatiales [34, 37, 38, 70]. Les propriétés physiques varient en fonction du type des fibres ainsi que leurs techniques d'extractions.

Un résumé des propriétés physiques pour différentes parties du FPD reporté par plusieurs auteurs de différentes régions du monde est présenté dans le tableau I.8, de plus une comparaison entre ces fibres avec d'autres fibres végétales concernant leurs propriétés physiques moyennes, est illustrée dans le tableau I.9.

Tableau I.8: Propriétés physiques des FPDs rapportées par différents auteurs pour différents payés.

Origine	Type de fibre	Densité (g/cm^3)	Longueur (mm)	Diamètre (µm)	rapport hauteur/largeur	Références
Algérie	Pétiole	0,86	-	400-1000	-	[56]
	Rachis	0,75	-	600-750	-	
	Mesh	0,79-1,09	150-300	200-800	18,75-300	
	Mesh	0,51-1,09	100 – 200	100-800	12,5-300	[75]
	Mesh	0,51-1,09	150-300	200-800	8,75-300	[19]
Maroc	Mesh	0,979	50-60	71,4-85,7	-	[65]
	Rachis	0,984	-	289	-	
L'Iran	Pétiole	-	100	12,50	80,00	[70]
	Rachis	-	120	17,00	70,00	
	Tronc	1,30	400	33,00	-	
UAE	Mesh	0,91	-	-	-	[76]
Iraq	Mesh	1,00–1,98	-	-	-	[77]

Tableau I.9: Propriétés physiques moyennes des FMPD comparées à d'autres fibres végétales [78, 79].

Type de fibre	Densité moyenne (g/cm^3)	Longueur (mm)	Diamètre (µm)	Module spécifique	Conductivité Thermique (W/mK)
FMPD	0,83	100-200	100-1000	7,00	0,083
Chanvre	1,45	5-55	25-500	40,00	0,115
coco	1,20	20-150	10-650	4,00	0,047
Sisal	1,40	1-900	8-200	17,00	0,070

De plus, outre les propriétés décrites précédemment, les propriétés thermiques des FPDs sont capitales pour déterminer leurs capacités à être candidat aux applications d'isolation, qui sont dérivées aussi de leurs propriétés physiques et chimiques inhérentes. Kriker *et al.* [36] et Al-Juruf *et al.* [78] ont rapportés que les FPDs sèches peuvent développer des composites à faible conductivité thermique allant de 0,122 à 0,210 W/m^oC qui peuvent être utilisés pour

développer des panneaux isolants, en améliorant ainsi le confort thermique. De plus, Al-Oqla *et al.* [79] ont rapportés une valeur moyenne pour la conductivité thermique du FPD de 0,083 W/m K, en la comparant à d'autres FV, comme indiqué dans le tableau I.9. Parallèlement, la température maximale d'utilisation des FPDs soit 230 ^oC et 260 ^oC respectivement pour les fibres de : rachis [15] et FMPD [79], comparée à celle de fibre de jute [4] et fibre de feuille d'ananas [80] qui sont respectivement égales à 276 ^oC et 282 °C.

1.3.3 Effet de la teneur d'eau (humidité) sur les propriétés thermo-physiques des fibres végétales

Une autre caractéristique très importante caractérise les fibres végétales, est leur forte aptitude à absorber l'humidité (eau) contenue dans leur environnement. En effet, cette hydrophilie pourra entrainer des variations volumiques des fibres et engendrer des modifications de l'interface fibres/matrice si l'hygrométrie environnante n'est pas contrôlée. En vue de maîtriser la dégradation des composites bio-fibrés, plusieurs études [81, 82, 83] ont portées sur la cinétique de l'absorption d'eau et le vieillissement des FV incorporées dans un système composite, résultant les points suivants :

- La quantité d'eau absorbée est linéaire avec la racine carrée du temps jusqu'à la saturation.
- Le niveau de saturation varie entre 2 à 15% selon les paramètres suivants : type de fibre, taux de fibre, type de traitement, type de matrice, … etc.
- Les propriétés mécaniques baissent sous l'effet du vieillissement, du fait de la dégradation de l'interface fibre/matrice et l'altération de la fibre elle-même.

Le tableau I.10 résume les résultats concernant le coefficient d'absorption d'eau de certaines fibres végétales les plus couramment utilisées comme renforts dans les composites.

Tableau I.10 : Coefficient d'absorption d'eau de différentes fibres végétales [4].

Fibres	Absorption d'eau %
Jute	281
Bagasse	122,5
Coco	93,8
Lin /chanvre	65
Palmier	50

En fonction des conditions hygrothermiques environnantes, les fibres végétales peuvent contenir de l'eau sous deux formes : (i) l'eau liée dans les parois cellulaires, via la formation de liaisons hydrogènes avec les groupes hydroxyles -OH et (ii) l'eau libre qui se trouve dans les micropores des parois cellulaires, remplissant les vides (pores) et retenue par les forces capillaires. La figure I.14 représente schématiquement l'effet de la teneur en eau en phase vapeur sur les processus de gonflement des cellules des différentes espèces des FV. L'eau en phase vapeur pénètre et il est absorbé dans les parois cellulaires et la lamelle intermédiaire via la formation de liaisons hydrogènes, provoquant ainsi un gonflement important des cellules. À une certaine teneur en eau, qui dépend de l'espèce végétale considérée, il sature les parois cellulaires et la lamelle intermédiaire, le point de saturation en eau des cellules végétales peut alors atteint de 20 à 50 % pour les FPDs. Enfin, les cavités cellulaires sont remplies par l'eau libre jusqu'à saturation totale entrainent des modifications très importantes dans l'évaluation des propriétés des FV [84].

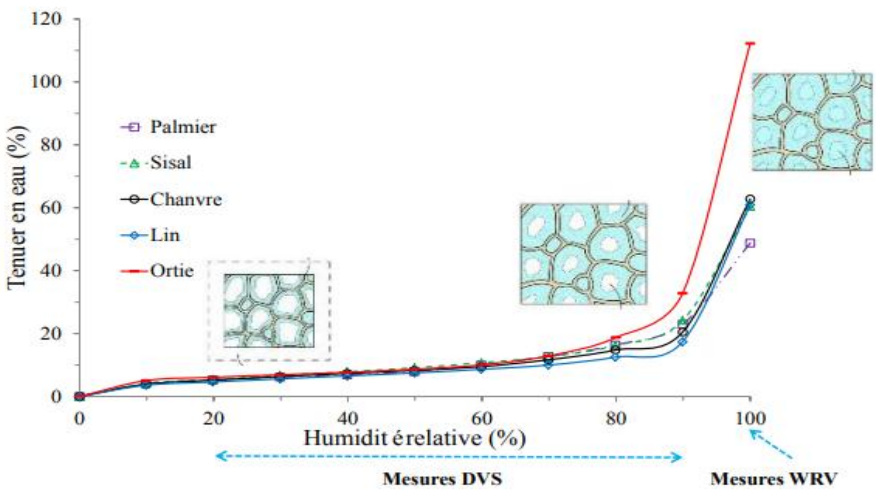


Figure I.14: Effet de la teneur en eau en phase vapeur sur le processus de gonflement des cellules pour cinq espèces de fibres végétales à 23 °C [84].

I.3.4 Effet de la stabilité thermique sur les FPDs

La stabilité thermique des fibres naturelles a été identifiée comme l'une des propriétés la plus recherchée dans la détermination de l'intervalle limite en température pour l'utilisation de fibres végétales comme élément renforçant dans la matrice. Il est important de connaître la dégradation des propriétés mécaniques lorsque les fibres sont exposées à une température élevée. L'analyse thermogravimétrique (ATG) et thermogravimétrie dérivée (DTG) sont l'une des techniques d'analyse thermique les plus efficaces permettant de mesurer la perte de masse

d'un matériau lorsqu'il est chauffé, c'est-à-dire d'accéder à sa stabilité thermique, et caractérisée sa température de décomposition. Plusieurs chercheurs se sont intéressés par les fibres ligno-cellulosiques tentent à identifier le comportement thermique des fibres végétales (FV) notamment les FPDs. Boumdiri *et al.* [15], Dehghani a *et al.* [85] et Mohamed E. A *et al.* [86.] ont caractérisés respectivement le comportement thermique des fibres : de rachis (région Algérie), de Mesh (région de Malaisie), et de Mesh (région de l'Arabie saoudite), extraites des différentes parties du palmier dattier par différentes techniques, et ceux comparées à la fibre de Jute abordée par Saidia [4]. La dégradation thermique des fibres végétales précitées, est représentée respectivement dans la figure I.15 s'est avérée similaire à celle d'autres FV suivant quatre étapes principales :

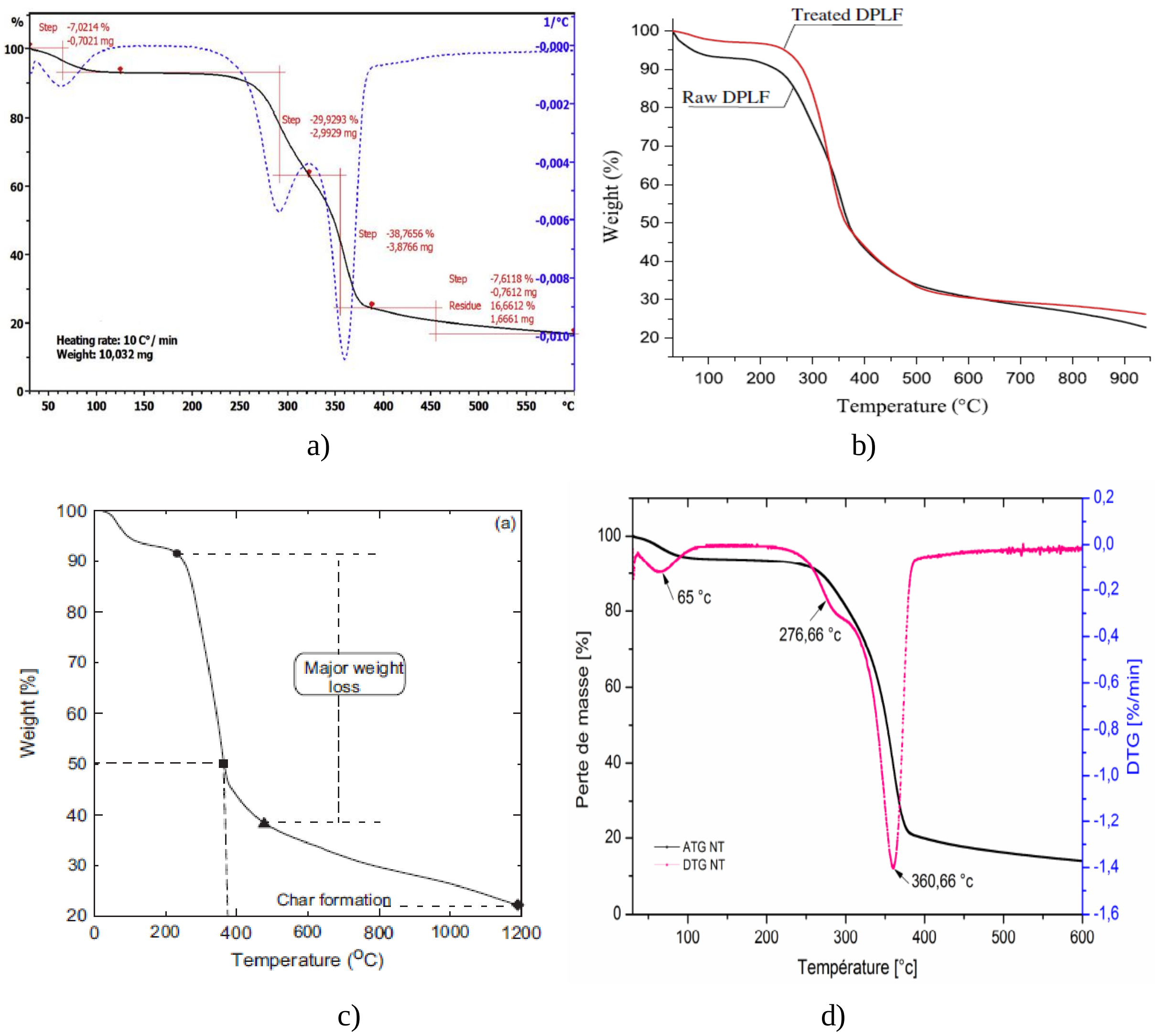


Figure I.15: Courbes TGA pour les fibres de :

a) Rachis [15], b) Mesh [85].c) Mesh [86] et d) Jute [4].

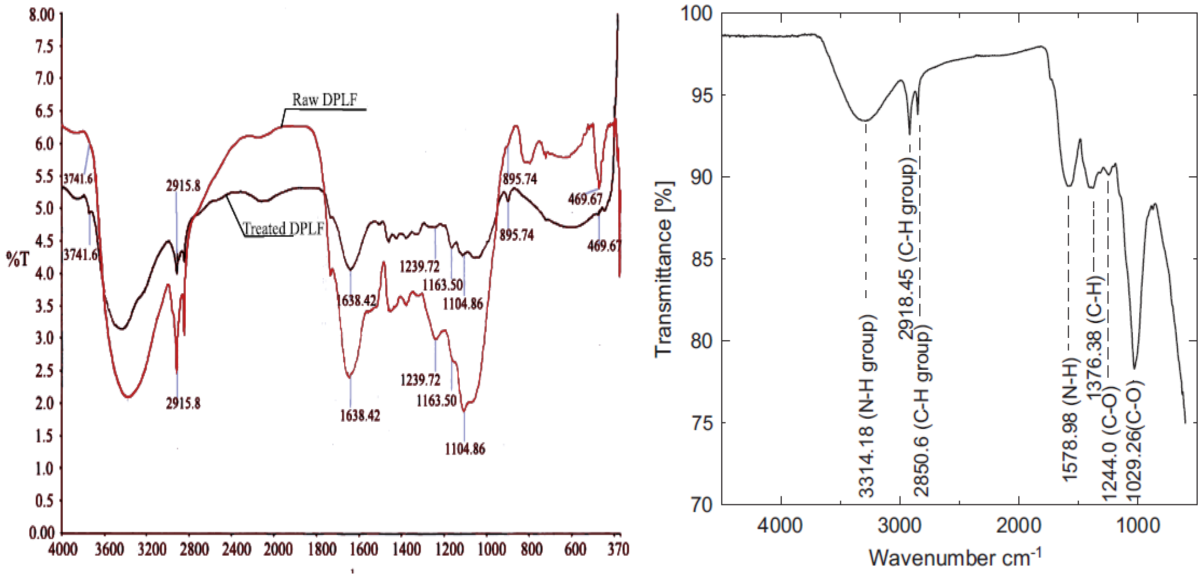
La première étape correspondante à la vaporisation de l'eau contenue dans les fibres à une température comprise entre 35 et 130 °C qui est liée à la nature hydrophile des fibres, suivie par une stabilisation (pas de chute de masse) en général de 130 à 220 °C correspondante à la limite d'utilisation de la fibre végétale.

La deuxième étape est associée à la dégradation de l'hémicellulose à une température comprise entre 220 et 330 °C.

Quant à la troisième étape, elle correspondante à la dégradation de la cellulose à une température comprise entre 330 et 360 °C. Puis enfin, la quatrième étape représente la dégradation de la lignine qui s'est produite entre 360 °C à une température en général supérieure à 400 °C.

De plus, la spectrométrie infra-rouge a transformée de Fourier (FTIR), permet par l'interprétation des spectres obtenus, de déceler les groupements fonctionnels contenus dans une molécule, ainsi que les liaisons entre les carbones d'une chaîne. Elle peut aussi donner une indication rapide et qualitative sur le changement de la structure chimique. Les spectres FTIR enregistrés pour les FMPDs brutes et traitées avec l'hydroxyde de sodium (NaOH) ainsi obtenues sont montrés dans la figure I.16 [85]. Globalement, l'analyse de cette figure montre des bondes d'absorptions (3500 cm^{-1} et 1638 cm^{-1}) et d'autres de réductions (2900 cm^{-1}) qui sont apparaitrais dans les deux spectres de la fibre brute et celle traitée, elles correspondantes successivement à l'étirement de la bonde d'hydrogène O-H, carbonyle (C=O), puis au réduction du nombre de O-H de la surface des fibres par la création du caractère hydrophobe [87].

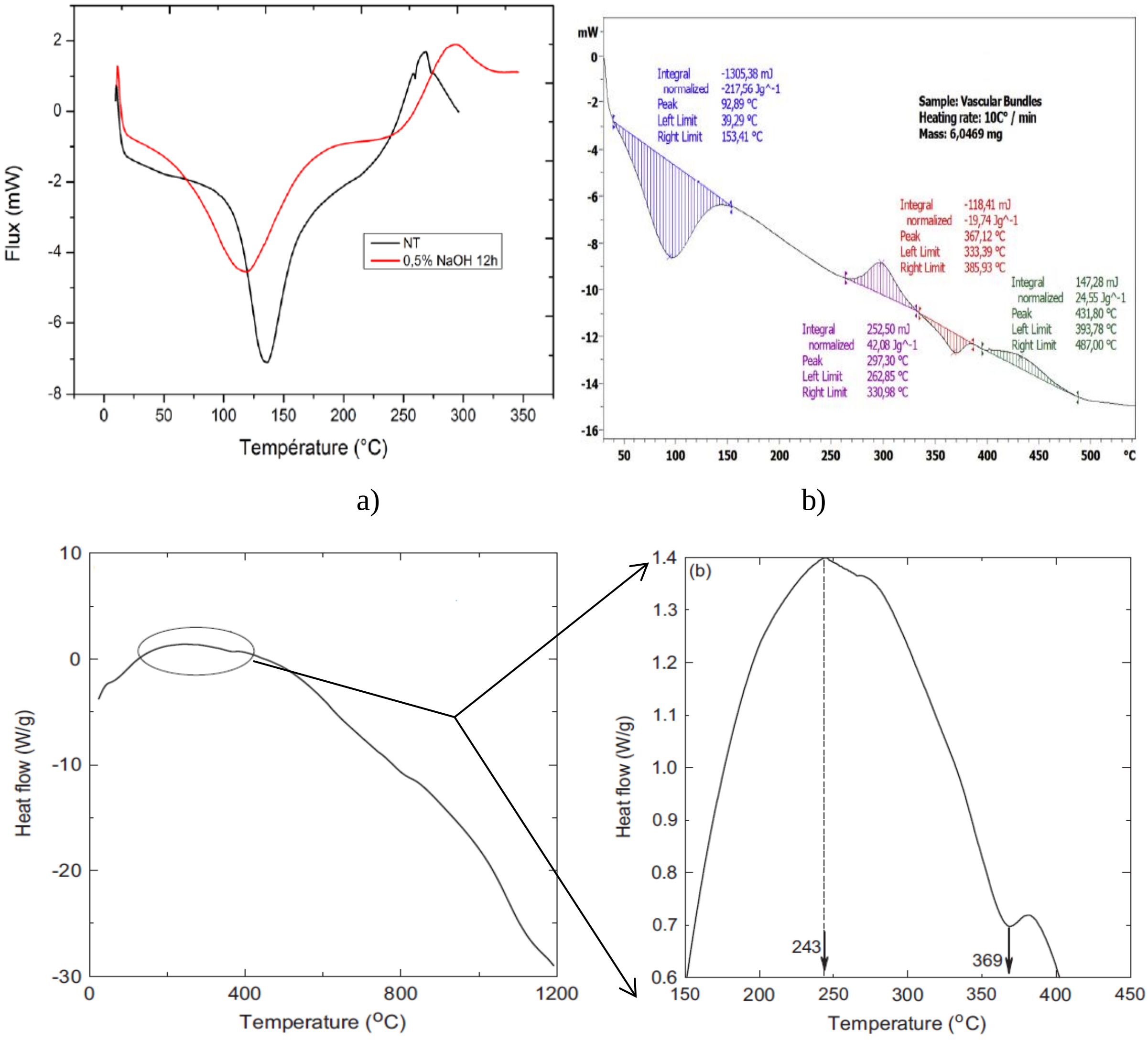
Les résultats FTIR pour les FMPDs n'indiquent pas une altération significative dans leur structure chimique soit pour les fibres brutes ou celles traitées, ils montrent une grande similitude avec celles données dans les références [88, 89, 90].



a) b)

Figure I.16: Spectres FTIR des FMPDs : a) traités et non traités [85] et b) non traitées [86].

Les mesures thermiques par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) fournissent plus d'informations sur le comportement thermique des FV en termes de processus des réactions endothermiques et exothermiques, de la transition de phase, et permettent également d'évaluer les effets du traitement de surface de la fibre sur leur cristallisation. L'analyse DSC effectuée sur trois différents types fibres de palmier dattier (Figure I.17) à savoir : bras de grappe brute et traitée [12], rachis brute [15] et Mesh brut [86] permet d'observer les changements physiques dans la gamme endothermique et exothermique à travers l'absorption et la libération d'énergie thermique lors du chauffage. Les chercheurs mentionnés précédemment dans les références [12], [15] et [86] résument les principaux pics qui sont présenté dans le Tableau I.11.



c)

Figure I.17 : Analyse DSC des fibres de palmier dattier : a) bras de grappe brute et traitée [12], b) rachis brute [15], c) Meh brut [86].

Tableau I.11: Principaux pics obtenus par l'analyse DSC des fibres de palmier dattier [12], [15], et [86].

FPDs	Pics	température (°C)	Correspond à
Bras de grappes **Rachis** **Mesh**	1er	30 à 100/120	Évaporation d'eau absorbée par la fibre
	2eme	100/120 à 185	Décomposition des polysaccharides (hémicelluloses)
	3eme	260 à 370	Décomposition cellulose
	4eme	Plus de 370	Dégradation de la lignine et des résidus

I.3.5 Propriétés mécaniques des fibres de palmier dattier (FPD)

Les propriétés mécaniques des fibres issues des palmiers dattiers notamment les FMPDs, comme ils sont présentées dans le tableau I.12, comparées à d'autres fibres végétales (FV), sont déterminées et affectées par plusieurs paramètres tels que la structure, les dimensions des cellules, la composition chimique, l'angle micro-fibrillaire et les défauts structuraux [71, 79, 91]. Mentionnant précédemment l'importance de la composition chimique, la structure et dimension cellulaire sur la résistance mécanique des FPDs, l'angle micro-fibrillaire doit être aussi souligné et investigué pour son influence sur leurs propriétés mécaniques. Il a été rapporté que plus l'angle est petit, plus la rigidité et la résistance du FPD sont élevées, tandis qu'avec des angles plus grands, une ductilité a été obtenue. De plus, il peut être rappelé que les fibres végétales (FV) ayant une résistance mécanique plus élevée possèdent une teneur en cellulose élevée, une longueur de cellule élevée, un degré de polymérisation de la cellulose élevé et un angle micro-fibrillaire faible. Généralement, les propriétés mécaniques du FPD telles que la résistance à la traction, la déformation à la traction et le module de Young augmentent souvent que la teneur en cellulose et la longueur des cellules augmentent [92, 93].

Tableau I.12: Propriétés mécaniques des FPD comparées aux différentes fibres végétales.

Type de fibre	Résistance à la traction (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module d'Young (Gpa)	Références
FPD -Bras de grappe	117 ± 35	3,13 ± 0,7	4,3±1,4	[12]
- Rachis	129 ± 47	5,88 ± 1,84	2,67 ± 0,57	[15]
- Mesh	88,15 ± 20	11,1 ± 2,5	3,50 ± 1,2	[36]
Chanvre	350-1,100	1,6-8,1	30,0-70,0	[26].
Coco	106-220	15,0-47,0	4,0-6,0	
Bambou	140-740	2,0	11,0-50,0	
Kénaf	250-930 1	2-7,5	4,3-53,0	[56]
Sisal	300-700	2,0-15,0	9,0-38,0	
Abaca	400	3,0-10,0	12,0	
lin	600-2,000	1,0-4,0	12,0-85,0	

Concernant l'étude de la performance des matériaux de construction aux zones climatiques sèches en utilisant les ressources naturelles disponibles localement comme éléments de renforcement, la durabilité des FMPDs a été étudiée par plusieurs chercheurs. Kriker *et al.* [36], essaient d'évaluer cette durabilité par la perte de résistance à la traction et d'allongement au cour du temps, et ceux pour des fibres immergées dans des différentes solutions alcalines. Ils ont estimés la durabilité du béton renforcé par la FMPD en fonction de la variation de la première résistance à la fissuration, de la charge post-fissuration maximale et du rapport de charge maximum obtenu à partir du test de flexion. Le tableau I.13 montre les résultats de recherches concernant la variation des propriétés mécaniques des FMPDs en fonction des longueurs des fibres dans les deux cas sèche et humide.

Tableau I.13: Variation des propriétés mécaniques des FMPDs males en fonction des longueurs des fibres dans le cas sèche et humide [36].

FMPDs	Longueur de la fibre (mm)	résistance à la traction (MPa)		Allongement (%)		Module d'élasticité (GPa)	
		Etat de la fibre					
		Sèche	Humide	Sèche	Humide	Sèche	Humide
Male	**100**	170 ± 4	175 ± 3	16 ± 3	17,4 ± 3	4,74 ± 2	3,78 ± 2
	60	240 ± 3	250 ± 2	12 ± 2	13,0 ± 2	5,00 ± 2	3,25 ± 2
	20	290 ± 2	300 ± 2	11 ± 2	12,0 ± 2	5,25 ± 3	3,55 ± 3
Ghares	**100**	88,15 ± 2	90,10 ± 2	11 ± 2	12,1 ± 3	3,50 ± 1	3,10 ± 1
Deglet-Nour	**100**	72,34 ± 2	74,34 ± 2	8,7 ± 2	9,5 ±2,5	3,15 ± 1,5	2,30 ± 2
Degla-Bida	**100**	71,15 ± 16	73,19 ± 1	7,5 ± 2	8,5 ±2,7	2,50 ± 1	2,10 ± 1

Il est facile de déduire que les FMPDs ont une faible résistance à chaque fois que la longueur augmente, alors que cette résistance augmente dans le cas d'un milieu humide par rapport à un milieu sèche. D'autres études (Tableau I.14), reportées aux mêmes auteures [36], faits apparaitre l'influence de temps d'immersion et la variation du diamètre des fibres par rapport à la performance mécanique des FMPDs.

Tableau I.14: Variation de la résistance à la traction et l'allongement des FMPDs d'une longueur de 100 mm immergée dans la solution NaOH [36].

Temps (mois)	**résistance à la traction (MPa)**			**Allongement (%)**		
	Diamètres des fibres (mm)					
	0,8	**0,6**	**0,4**	**0,8**	**0,6**	**0,4**
0	180 ± 20	160 ± 18	60 ± 15	20 ± 2	18 ± 2	12 ±3
1	151 ± 11	92 ±13	39 ± 15	19 ± 2	16 ± 3	09 ± 2
2	146 ± 15	83 ± 15	27 ± 14	17 ± 2	15 ± 2	07 ± 2
3	137 ± 12	77 ± 14	20 ± 07	15 ± 2	13 ± 3	06 ± 2
6	125 ± 12	65 ± 11	05 ± 04	12 ± 2	08 ± 2	01 ± 1

Les résultats des travaux de recherches effectuées par Elsayed A. [94] et Alsaeed [95] représentées dans la figure I.18, montrent le comportement mécanique en traction des FMPDs brutes et traitées en termes de la courbe de variation contraintes/déformations. La première estimation concernant les fibres brutes, indique une région préliminaire élastique linéaire suivie d'une courbure indiquant un taux d'accroissement non linéaire de la contrainte. La no-linéarité a été supposée dû à un glissement des parois cellulaires primaires et à la délamination entre les cellules de la fibre. Tans disent que l'évaluation du comportement mécanique effectuée sur les FMPDs traitées pour différentes concentrations en NaOH (3, 6 et 9%) montre qu'avec l'augmentation de la concentration de NaOH, le comportement mécanique des FMPDs en termes de contrainte de traction, devient plus rigide.

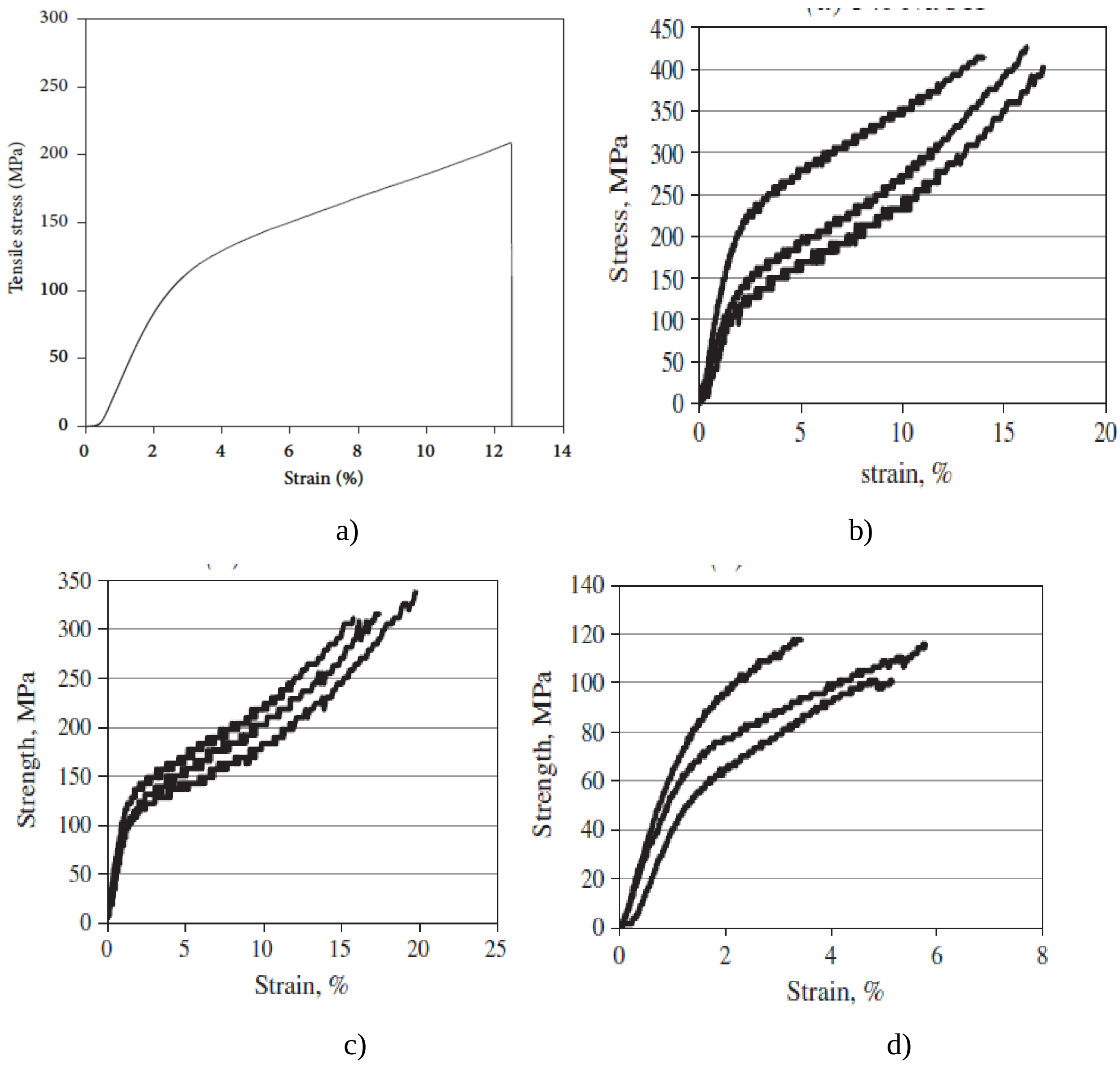


Figure I.18: Courbe contrainte/déformation d'un seul FMPD pour a) fibre brute [94], b) fibres traitée à 3% NaOH**,** c) fibres traitée à 6% NaOH et d) fibres traitée à 9% NaOH [95].

De plus, l'enchaînement d'aborder les travaux réalisés par Alsaeed T [95], permet de présenter, dans la figure I.19, l'influence de la longueur entre mors (allant de 5, 10, 15 et 20 mm) lors de l'essai de traction des FMPDs traitées pour différentes concentrations en NaOH (3; 6 et 9%). La résistance à la traction la plus élevée est affectée à la longueur 10 mm pour les deux concentrations 3% et 6 % NaOH. En revanche, à la longueur 15 mm cette résistance donne des valeurs maximales pour la concentration de 9 % NaOH (Figure I.19).

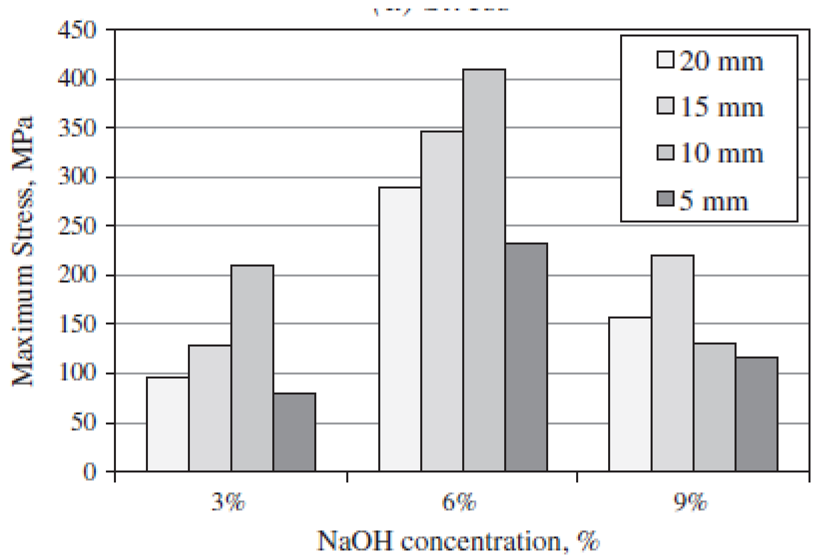
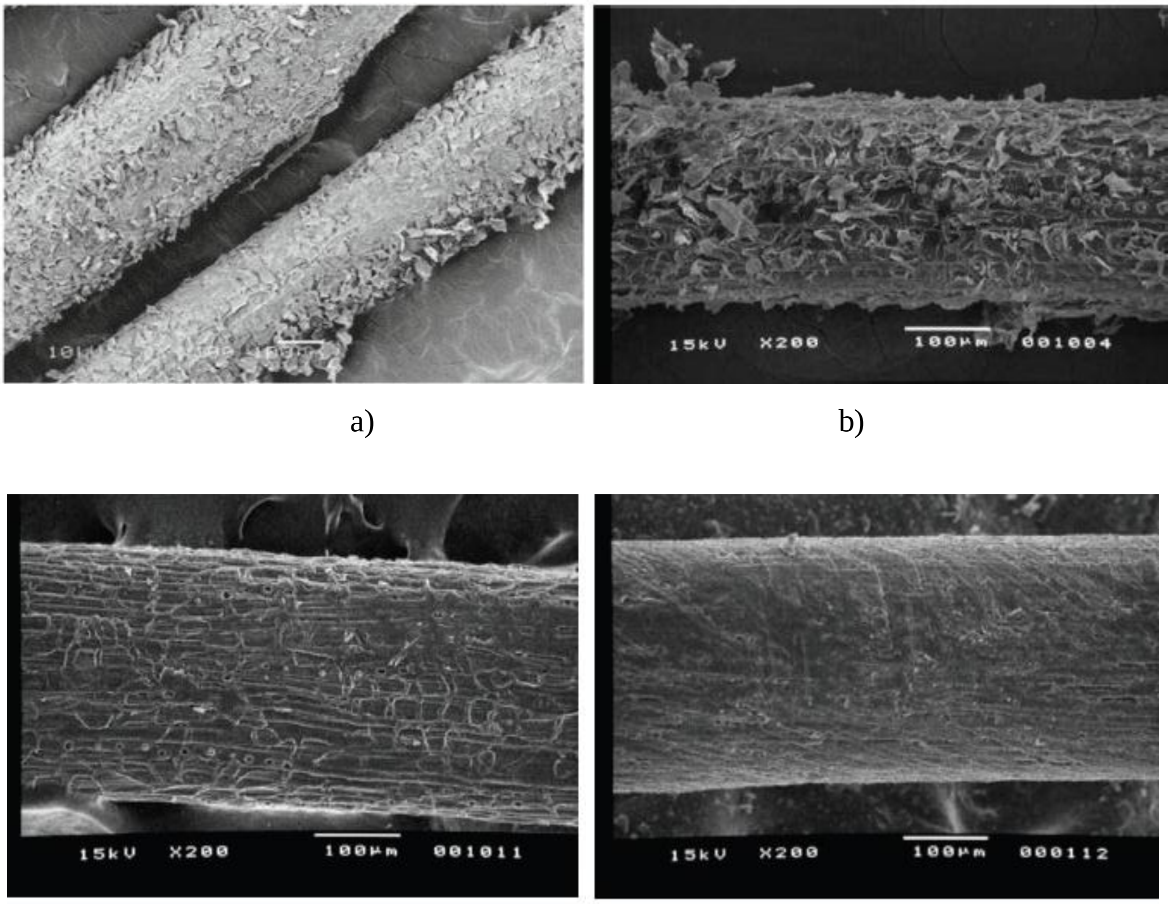


Figure I.19 : Effet des traitements chimiques par NaOH sur la résistance à la traction des FMPDs pour différentes longueurs entre mors [95]

Ces résultats ont été validés par les morphologies surfaciques des FMPDs sous différents processus de traitements par rapport aux fibres brutes, comme le montre la figure I.20. Sur cette figure la surface contient énormément des contaminants, y compris les petites branches de fibres et les impuretés telles que les poussières (Figure I.20.a), ces contaminants agissent comme des défauts de fibres ou ils éventuellement diminuer les propriétés de traction des FMPDs. De plus, ces contaminants devraient diminuer la compatibilité entre les renforts et la matrice (polymère ou autres), qui réduit facilement l'adhérence interfaciale dans les composites, réduisant ainsi le transfert de contraintes entre la fibre et la matrice.

En augmentant, la concentration en NaOH, les figures I.20.b, I.20.c et I.20.d représentent respectivement les micrographies MEB pour les concentrations 3%, 6% et 9 % indiquant ainsi que les contaminants et les micro-fibrilles disparaître progressivement, et que certaines microfissures apparaissent sur la surface de la fibre, peuvent être dû à la réaction chimique entre le soda et la fibre (Equation II.1). Ces microfissures augmentent au fur et à mesure que le soda augmente et peut entraîner un affaiblissement de la fibre si la concentration de soda atteint une certaine limite comme indiqué dans les travaux de Alsaeed *et al.* [95], et Wong *et al.* [96]. On peut conclure que le traitement chimique a un effet plus marqué sur les effets physiques et les propriétés mécaniques de FMPD ; cependant, la sélection du pourcentage de traitement chimique la plus efficace est un défi remarquable inclus avec eux le coût et certains problèmes environnementaux.



a) b)

c) d)

Figure I.20: Micrographies par MEB des FMPDs : a) brute, b) traité avec 3% NaOH, c) traité avec 6% NaOH, et d) traité avec 9 % NaOH [95].

I.3.6 Traitement de surface des fibres de palmier dattier (FPD)

Les caractéristiques des composites renforcés de fibre de palmier dattier (CRFPD) dépendent principalement du FPD seule et de la liaison interfaciale fibre/matrice, qui joue un rôle essentiel dans la détermination des propriétés mécaniques finale des composites [44, 97]. Les FPDs sont généralement hydrophiles en raison de la présence de groupes hydroxyle au sein de sa structure chimique. En revanche, la plupart des matrices polymériques, thermodurcissables et thermoplastiques ou autres, sont hydrophobes. Ainsi, pour améliorer les caractéristiques du CRFPD, il est nécessaire de conférer une hydrophobie au FPD en les traitant soit chimiquement, physiquement ou mécaniquement, afin d'améliorer la liaison interfaciale entre le FPD et la matrice.

Les principaux traitements de surface effectués sur les FPDs, ont été rapportés par plusieurs auteurs, réservés d'une grande ampleur à des traitements chimiques, qui sont discutés dans le tableau I.15. Ce tableau résume les propriétés mécaniques, y compris les paramètres d'essai du FPD traité ainsi référenciées.

Tableau I.15 : Paramètres d'essai du FMPD traité ainsi que leurs résultats

Concentration de la solution alcaline (%)	Temps d'immersion (h)	Température d'utilisation (^{O}C)	Résultats	Réf
8, 12	2, 3	100	L'augmentation du % de NaOH ainsi que le temps d'immersion ont augmenté l'élimination de la lignine et d'autres impuretés de surface	[58]
0.5, 1, 1.5, 2.5, 5	1	100	Les résultats ont révélé que le traitement au NaOH avait un effet positif sur les propriétés mécaniques du DPF, où le traitement à 1 % de NaOH était la condition optimale pour augmenter la résistance à la traction du DPF.	[98]
3,6, 9	24	Ambiante	Les résultats ont montré que 6% était la concentration optimale, où une solution à 3% de NaOH a eu moins d'influence sur les propriétés mécaniques du DPF tandis qu'une solution à 9% de NaOH a affaibli et endommagé le FPD.	[95]
6	24	Ambiante	Réduction de la porosité et amélioration de la liaison interfaciale entre la matrice époxy/DPF	[99]

I.4 Les biocomposites de construction à fibres végétales

I.4.1 Histoire d'utilisation

L'association de matières végétales ou animales avec de liants minéraux ou autres ne sont pas un phénomène récent, de nombreux indices du passé témoignent de la continuité d'utiliser de ce type de mélange à ce jour. Pendant des millénaires, près de 60% des habitations dans le monde sont construites à partir du mélange terre et matière végétale [10, 100]. C'est le cas de l'habitat traditionnel berbère, ou encore les habitats sahariens au sud de l'Algérie (Figure I.21).



Figure I.21: Mélange constructif associant pierres, terre et matière végétale ligno-cellulaire, vieux quartier de El-Gantra, Biskra (photo de l'auteur de cette thèse).

L'insertion de fibres cellulosiques naturelles dans les matériaux de construction comme élément de renforcement, offre un compromis entre la durabilité environnementale et la résistance à long terme. Dans cet axe, l'approche de construction des murs pour les bâtiments, des systèmes de toiture en couplant de la fibre végétale à une matrice minérale, est devenue possible grâce à l'apparition des sociétés de construction industrielles du XIXe siècle [13, 101], qui ont commencé à utiliser divers tissus végétaux en vue de faire une reprise majeure des traditions de construction à base de matériaux transformés (acier/fibre végétale, ciment Portland). Identiquement, d'autres approches attribuées à Kühn et Ameziane [13], ont commencés à utiliser le béton couplé de chanvre, qui a entrepris de concevoir une procédure de

construction avec des matières premières agricoles (procédure Canosmose) pour construire des maisons entièrement à partir de chanvre.

I.4.2 Etat de l'art sur l'impact du secteur de la construction sur les consommations énergétiques et environnement

Toutes les activités associées au secteur de la construction (design, construction, démolition, … etc.) affectent de façon directe ou indirecte le taux des consommations énergétiques ainsi que l'environnement. Les bâtiments en particulier reste un des secteurs les plus polluants, par non seulement une surconsommation et gaspillage d'énergie, mais également des rejets de déchets non recyclés. Ils sont responsables de plus d'un tiers des émissions de dioxyde de carbone reconnu comme un des principaux gaz à effet de serre responsable du réchauffement climatique [7, 102].

En Algérie, selon le rapport de l'Agence Nationale pour la Promotion et la Rationalisation de l'Utilisation de l'Energie (APRUE) [103], dans le bilan des émissions de dioxyde de carbone par secteur, l'habitat résidentiel est classé en premier (Figure I.22), avec plus de 6312 Teq CO2 (tonnes équivalent s de CO2), sa consommation représente plus de 41% de la totalité de l'énergie (A titre d'exemple, en moyenne, l'habitat consomme plus que 151 kwh/an pour le chauffage, climatisation, eau sanitaire et éclairage). Dans ce contexte, l'exemple le plus envisagé est l'abaissement thermique dans l'habitat qui se traduit par des pertes de chaleur à travers les toitures, les mures, les ponts thermiques, les planchers et le phénomène de renouvellement d'air.

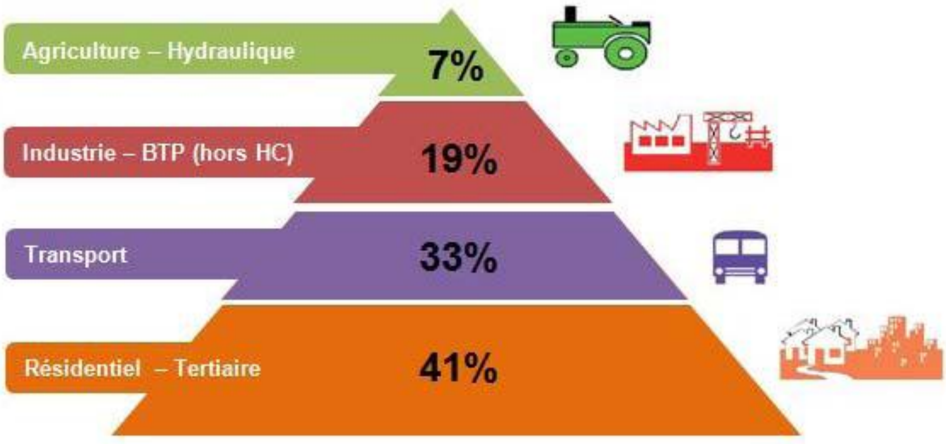


Figure I.22: Consommation d'énergie par secteur en Algérie (APRUE) [103].

Par ailleurs, ce secteur possède également d'autres impacts significatifs sur la qualité de l'air à intérieur et sur la santé qui sont de plus en plus considérés comme des critères importants pour la construction. Le cycle de vie (La production de matériaux : extraction des matières premières, transformation, et leur mise en œuvre) des constructions ont des conséquences sur l'environnement, en plus, leur démolition engendre des déchets, des émissions polluantes.

Pour minimiser ces impacts, des recherches visent à développer l'utilisation de matériaux de construction à base de fibres végétales (le chanvre, la paille, le lin, le bois, le palmier dattier, …. etc.), dans le souci de préserver la santé de l'homme, de répondre à ses besoins de bien-être et de confort et de réduire les impacts environnementaux, avec l'association des avantages suivants :

- Ce sont des ressources abondantes, renouvelables périodiquement, recyclables et durables.
- Réduction des émissions de gaz à effet de serre (par le stockage du CO_2).
- Faible énergie grise : L'énergie grise est la somme de toutes les énergies nécessaires à la production, aux transports, à la fabrication, à l'utilisation et enfin à la démolition du matériau enfin de sa vie. Si cette énergie est faible, le matériau offre un cycle de vie à faible énergie consommable, à titre d'exemple, la figure I.23 compare l'énergie grise de différents matériaux de construction, dans ce contexte, le béton de chanvre ayant une énergie grise plus faible que les autres qui lui avantager comme un candidat pour le secteur de la construction.

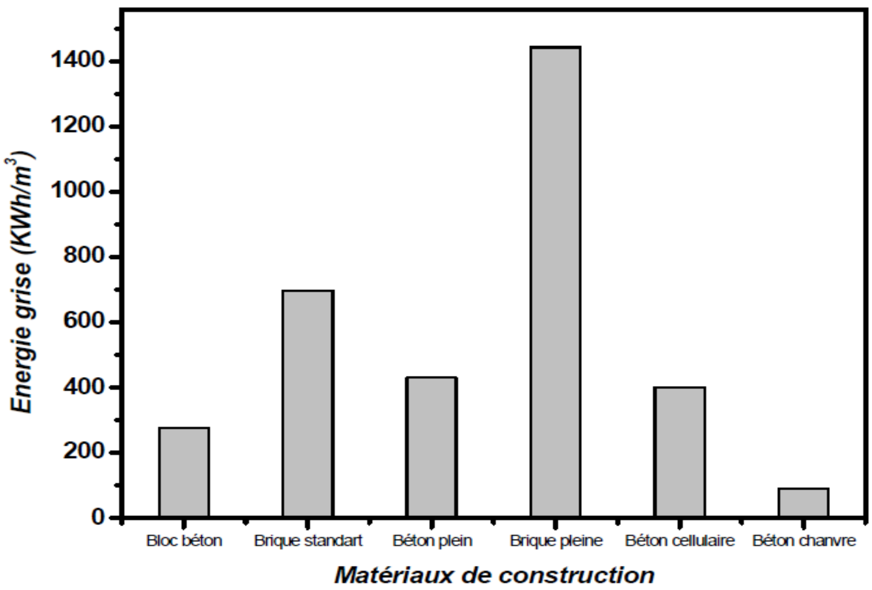


Figure I.23: Energie grise des matériaux utilisés dans le bâtiment [102].

I.4.3 Les composites cimentaire à fibre de palmier dattier (FPD)

Les performances des matériaux composites à matrice cimentaire, tels que le mortier et le béton, résident dans leur forte résistance à la compression, liée à leur bonne durabilité. Selon leurs applications, des ajouts en fibres métalliques peuvent être nécessaires pour augmenter la résistance à la traction et à la flexion, le cas du béton armé [104, 105, 106]**.** Bien que ces matériaux offrent des problèmes attribués à la matrice cimentaire lors de l'élévation de la température ambiante, provoquant l'évaporation de l'eau de gâchage suivie par l'accélération de la prise et du durcissement. Ceci peut provoquer l'apparition de fissures conduisant à des incidences défavorables sur les caractéristiques du béton ou du mortier durci.

Pour cette raison, et dans la recherche d'infrastructures vertes, économiques et performantes, un compromis entre la durabilité environnementale et la résistance à long terme des matériaux de construction est nécessaire. Les chercheurs dans l'industrie de la construction et de la fabrication ont proposé l'insertion de fibres cellulosiques naturelles comme élément de renforcement pour les matériaux de construction à base de ciment dans les secteurs du marché industriels notamment dans le bâtiment pour améliorer leurs résistances, durabilité et l'isolation thermique et sonore [18, 107, 108]. Les avantages attribués à l'utilisation de fibres naturelles pour renforcer les composites cimentaires, connu sous le nom de fibrociment, comprennent la biodégradabilité, un coût relativement faible, la disponibilité de matières premières provenant de sources renouvelables, faible densité, faible conductivité thermique, tout cela se traduit par un faible impact environnemental [109, 110].

Plusieurs efforts ciblés par les chercheurs, malgré les variétés de fibres naturelles coexistées, étaient orientés vers l'application de FPD dans une large gamme d'application, en se concentrant sur l'obtention d'une performance optimale du composite [111, 112]. Les études menaient pour l'application de fibres naturelles dans plusieurs secteurs, leur incorporation dans les secteurs du marché industriel, du bâtiment a connu un taux de croissance de 13%, au cours des 10 dernières années [100].

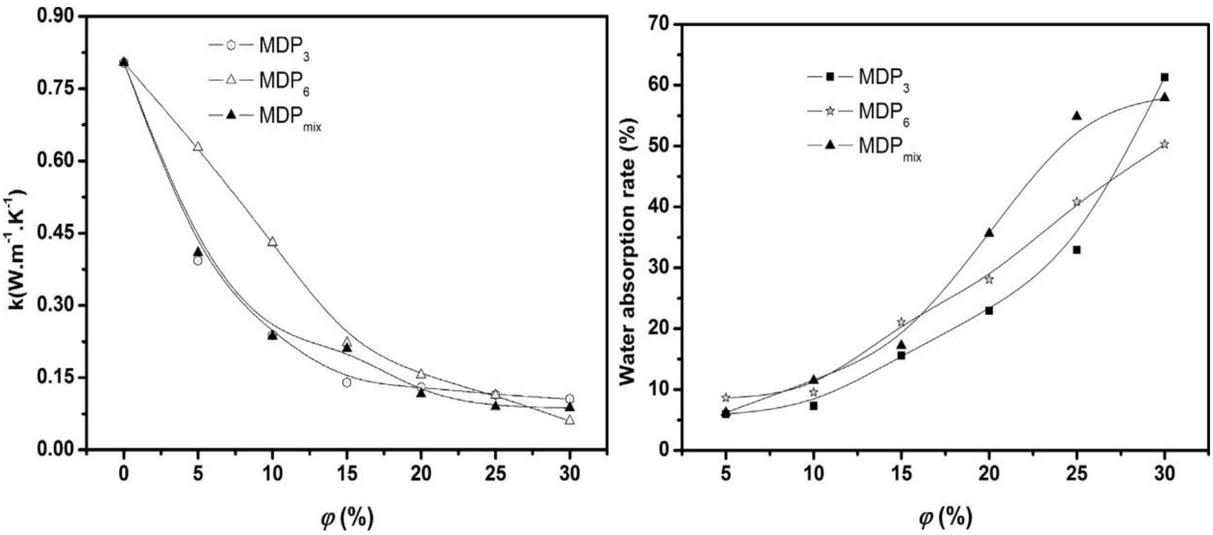
I.4.4 *Comportement thermo-physique et mécanique des bio-composites cimentaires à FPD*

Les mortiers de ciment Portland ordinaire (CPO) sont les matériaux de construction les plus utilisés dans le monde, reconnus pour leur faible coût et leur large applicabilité et disponibilité [113]. Leurs caractéristiques quasi-fragiles, leur résistance élevée à la compression, leur faible résistance à la traction et leur faible résistance à l'ouverture des

fissures sont les principaux inconvénients du béton conventionnel et des matériaux cimentaires de l'CPO.

Pour surmonter la faible résistance à la flexion et la résistance à l'ouverture des fissures du béton et des mortiers à base de CPO, ainsi que pour améliorer la résistance à la traction et améliorer les propriétés de durabilité, c'est-à-dire la résistance aux chocs thermiques et à la fatigue, un renforcement par fibre végétale (FV) est mis en œuvre [114, 115, 116]. Diverses FV et synthétiques, ont été utilisées pour limiter la croissance des fissures dans le béton et les matériaux cimentaires CPO. Parmi eux, beaucoup d'efforts ont été consacrés à l'étude du FPD en tant qu'armature pour le béton et les mortiers CPO.

Benmansour [7] a étudié le comportement thermo-physique d'un bio-mortier renforcé par FPD pour trois différentes longueurs (3mm, 6mm et mix). Elle est rapportée que l'ajout de FPD dans la matrice de mortier produit une augmentation importante de l'absorption d'eau (Figure I.24.b), ainsi qu'une réduction sensible de la conductivité thermique du composite (Figure I.24.a). Cette réduction est attendue car les fibres de palmier dattier ont une conductivité thermique inférieure à celle de la matrice de mortier, et que la conductivité thermique des matériaux poreux soit régie par les pores (vides) et la taille de grain dans l'échantillon qui sont créés par l'ajout des fibres. Les résultats obtenus dans cet axe s'articulent autour d'une réduction de la conductivité thermique avec augmentation du taux d'absorption d'eau avec l'ajout de FPD.

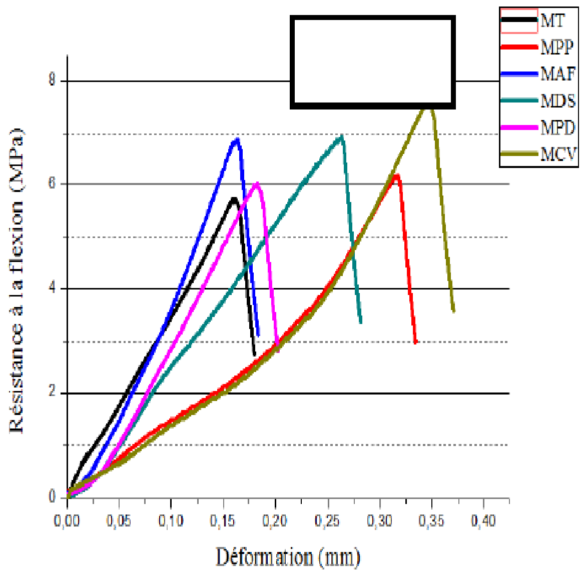


-a- -b-

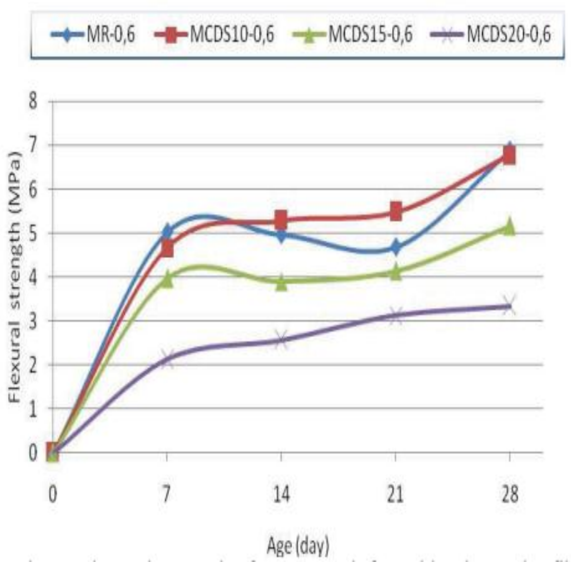
Figure I.24: Evolution de la : a) Conductivité thermique, b) absorption d'eau des composites mortier/FPD en fonction de la teneur en fibres [7].

De plus, l'identification du comportement mécanique des matériaux de construction et plus précisément le mortier est gouverné par la résistance à la compression est et à la flexion, qui sont évaluées par Belkadi *et al.* [117] et Mokhtari *et al.* [118]. Dans la figure I.25.a, Belkadi *et al* ont montrés la variation de la résistance à la flexion des mortiers renforcés par différentes fibres végétale à savoir : MT : Mortier Témoin, MPP : Mortier avec fibre de Polypropylène, MAF : Mortier avec fibre d'Alfa, MDS : Mortier avec fibre de Dis, MPD : Mortier avec fibre de palmier dattier et MCV: Mortier avec fibre de chanvre, et ceux en fonction de la déformation. A partir des courbes de cette figure, les auteurs constatés que les mortiers renforcés avec les FPDs (MPD) et celles renforcés par les fibres de chanvre (MCV) présentent une meilleure résistance à la flexion par rapport aux autres fibres y compris le mortier sans fibre (MT).

Il est reporté dans la figure I.25.b présentée par Mokhtari *et al.* [118], que la résistance à la flexion des différents mortiers (sans ou avec fibres) est en augmentation continue selon le temps de durcissement (7, 14, 21 et 28 jours), et que les mortiers renforcés avec 10% de FPD (MCDS10) ont présentés la meilleure résistance à la flexion. En conclure, les composites de construction renforcés de fibre de palmier dattier (CRFPD) offres des avantages très impressionnants dans tous leurs niveaux.



-a-



-b-

Figure I.25: Résistance à la flexion 3-points des : a) variétés de bio-composites ; MT, MPP, MAF, MDS, MPD, MCV et. B) Bio-mortier renforcé de fibre de palmier avec différents % de fibre (10%, 20%, et 30%) [118].

I.5 Conclusion, position du problème et techniques adoptées

Ce chapitre fournit une base de données bibliographique, qui concerne l'influence de l'incorporation de fibres courtes de Mesh issue du tronc du palmier dattier (FMPD) dans différents types de composites cimentaires pour des procédés de constructions non structurelles. Le choix des FMPDs n'est pas un hasard, en effet ce genre de fibre constitue l'une des richesses végétales les plus abondantes en Algérie et qui de nos jours, restent très peu exploitées.

A travers cette recherche bibliographique, la plupart des travaux ont prouvé que l'incorporation des FMPDs dans les composites à matrice cimentaire montrés des diminutions assez significatives dans leurs caractéristiques mécaniques. Tandis que peu de travaux sur ce sujet qui report des augmentations assez faibles de ses caractéristiques mécaniques.

Notre contribution s'intéresse à la recherche des bonnes combinaisons fibres/matrice permettant de montrer la possibilité d'avoir une augmentation dans les propriétés mécaniques (qui peut dépasser 50 %) à savoir la contrainte et le module de Young en flexion 3-points et en compression des bio-mortiers renforcés par des fibres de palmier dattier.

Pour planifier expérimentalement la recherche, quatre paramètres sont combinés et pris en compte à savoir le : pourcentage d'incorporation des fibres dans le mortier, longueur des fibres, pourcentage de l'élément alcalin à utiliser pour le traitement chimique par NaOH, ainsi que le temps d'immersion des fibres dans la solution chimique. Un plan d'expérience de 27 types de tests a été établi en utilisant la méthodologie de surface de réponse (RSM) combinant les quatre paramètres précités, afin de minimiser le nombre d'essais le plus faibles possible.

L'objectif visé par ce travail est en deux volets, le premier est réservé à la caractérisation expérimentale des faisceaux de FMPD traités et non traités, en traction sous sollicitations monotones. Ceci dans le but de déterminer leur comportement mécanique, vu les dispersions obtenues dans les résultats, des études statistiques par l'analyse de variance ANOVA ont été examinées. Le deuxième volet de notre travail sera consacré à la formulation des bio-mortiers renforcés par différents pourcentages de FMPD, qui sont également caractérisés en flexion 3-points et en compression. Une étude statistique basée sur la méthode de surface de réponse (RSM) soit aussi examinée, cette approche permet de minimiser le nombre des bio-mortiers ainsi formulé en augmentant la possibilité d'avoir le maximum des résultats.

CHAPITRE II

Méthodologies expérimentales et préparation des échantillons

II.1 Introduction

Ce chapitre est réservé à la description détaillée des différentes méthodologies expérimentales suivies et adoptées pour la caractérisation morphologique, chimique, thermo-physique et mécanique en vue d'évaluer soit les propriétés des fibres de mesh de palmier dattier (FMPD), soit les propriétés des bio-composites à matrice cimentaire renforcés par les FMPD. Ceux-ci et réalisées en passant par une description du matériau utilisé, ainsi que les techniques d'extractions, préparation et traitements chimiques des fibres. Pour cela, plusieurs machines et appareillages ont été utilisées pour la caractérisation thermo-physique à savoir : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), l'analyse thermogravimétrique (TGA), diffractométrie à rayons X (DRX). Les machines universelles de type Zwick Rokwell et Walter & Bai ont été utilisées respectivement pour la caractérisation mécanique des FMPD seules sollicitées en traction ainsi que les bio-composites renforcés de FMPD, élaborés et sollicitées en compression et ou en flexion.

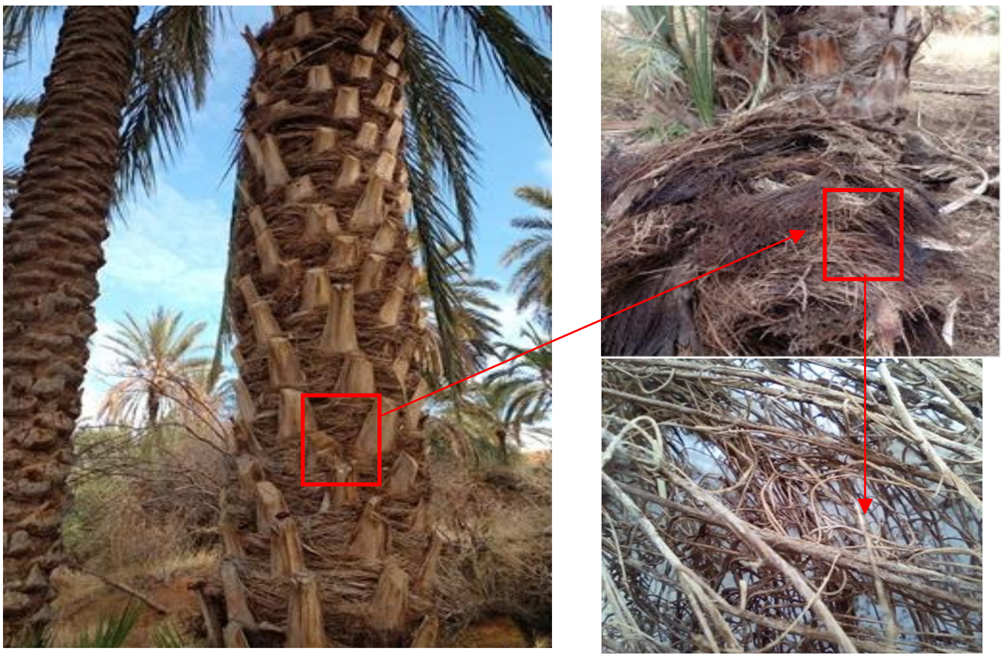
II.2 Matériaux utilisés

II.2.1 Les fibres de mesh des palmiers dattiers (FMPD)

L'objectif principal recherché dans ce travail de thèse est l'élaboration des bio-composites de construction renforcés de fibres végétales avec des performances souhaitées. À cet effet, le choix des matériaux utilisés est réservé aux fibres de renforcement, car ils confèrent aux composites leurs résistance mécanique. Pour cela, et comme l'Algérie est le plus grand territoire d'Afrique et du monde arabe, fait partie des pays leaders dans la culture et la production de dattes des palmiers, avec un total de plus de 20 millions de palmiers, responsable de plus de 14% de la production mondiale de dattes en 2017 [16].

Dans ce contexte, et avec plus de 1000 variétés de palmiers dattiers en Algérie, l'analyse par catégorie de la production des dattes des palmiers montre que la variété de palmier Ghars est l'une des variantes la plus disponible que ce soit avec sa productivité ou dans leurs déchets régénérés, elle représente jusqu'à 10% de la production totale en Algérie [16, 119,120].

Pour ce faire, les fibres de mesh de palmier dattier (FMPD) utilisées dans cette recherche ont été extraites de la surface extérieure autour du tronc des palmiers dattier Ghars, (Figure II.1). Les FMPD ont été récoltées à partir des palmiers d'une oasis à Biskra située dans le sud de l'Algérie.



-a- -b-



-c-

Figure II.1: Fibres de mesh issue du tronc de palmier dattier (FMPD).
a) Fibres dans le palmier, b) Fibres dans l'état brute, c) Fibres découpées et regroupées.

II.2.2 Extraction des fibres

Les fibres utilisées dans le cadre de cette thèse, se trouvent autour du tronc du palmier dattier sous forme d'un tissu bidirectionnel qui est composé généralement par la superposition de trois couches de fibres empilées. Les couches externes sont orientées à environ 45 degrés par rapport au tronc du palmier, alors que la couche du milieu fait un angle 90° (Figure II.1.b). La méthode d'extraction des FMPD s'effectuer manuellement et consiste à plonger les tissues de meshs dans un bain d'eau douce pendant quelques minutes et les frottées à la main afin de séparer les fibres. Ensuite, ces fibres ainsi obtenues sont appelées fibres brutes, ayant différents diamètres (de 0,3 à 0,9 mm) et longueur allons jusqu'à 400 mm (Figure II.1.c).

II.2.3 Traitements chimiques des fibres

Pour atteindre les objectifs voulus, la performance d'utilisation des bio-composites réside dans la cohérence interfaciale fibre/matrice. Pour ce faire, un nettoyage de la surface de la fibre des impuretés et des poussières suite à leur environnement naturel est nécessaire, en vue de perturber l'absorption d'eau et d'humidité, ainsi que faire disparaitre la lignine qui entoure la fibre et obtenir des surfaces rugueuses.

Les FMPD sont trempées, à la température ambiante, dans l'hydroxyde de sodium (NaOH) ayant différentes concentrations et pour différents temps d'immersion. Deux programmes de traitements chimiques alcalins ont été réalisés:

1. Le premier est réservé aux fibres destinées aux essais mécaniques de traction afin d'obtenir leurs propriétés mécaniques. Ces fibres ont été traitées avec cinq concentrations de l'hydroxyde de sodium NaOH soit: 0,5%, 1%, 2% 3% et 5% pour différents temps d'immersion (0,5h, 1h, 2h, 4h et 8h);
2. Le second programme est réservé aux fibres destinées au renforcement du mortier en vue d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques du bio-composite, dont le pourcentage de l'hydroxyde de sodium est pris égale à 1%, 3% et 5% pour différents temps d'immersion (2h, 8h et 14h).

Pour ce faire, et afin de minimiser le nombre d'essais les plus faibles possible dans les deux programmes, une planification d'un plan d'expérience a été établie en utilisant respectivement la méthodologie Taguchi dans le premier programme et la méthode de surface de réponse (RSM) dans le deuxième programme.

Les FMPD ont été rincées à l'eau avant d'être trempées encore dans l'acide sulfurique (H_2SO_4) pendant 5 minutes, puis immergées dans l'eau distillée pendant 15 minutes pour avoir un PH neutre (Figure II.2.a). Enfin, elles ont été séchées dans une étuve à une température de 70 ^oC pendant une durée de 5 heures (Figure II.2.b). Les fibres obtenues ont été conservées dans des sacs étanches pour éviter l'absorption d'eau qui existe dans l'air ambiant.

La réaction de la fibre de surface de palmier dattier pendant les traitements chimiques avec NaOH est réalisée comme suite (Formule II.1):

$$\text{FMPD-OH} + \text{NaOH} \longrightarrow \text{FMPD-O-Na}^+ + H_2O \qquad \text{(II.1)}$$

FMPD : Fibre de mesh de palmier dattier



(a)



(b)

Figure II.2: Traitements chimiques des fibres de Mesh des Palmiers Dattiers (FMPD) a) immersion des FMPD dans différentes solutions alcalins, b) Séchage dans l'étuve.

II.3 Mesure de la densité des biocomposites

Des mesures de densité des différentes formulations des bio-mortiers élaborés ont été effectuées sur les échantillons avant qu'ils ne soient testés mécaniquement en flexion ou en compression. Ces mesures consistent simplement à déterminer les masses et les volumes des échantillons des mortiers renforcés par différents pourcentages de fibres et à calculer leur densité selon la formule (II.2):

$$D_{mortier} = m_{mortier} / V_{mortier} \qquad (II.2)$$

Où :

$D_{mortier}$: la densité du mortier (kg/ dm^3)

$m_{mortier}$ et $V_{mortier}$ sont respectivement la masse (kg) et le volume (dm^3) du mortier.

II.4 Méthodologies expérimentales et appareillages

II.4.1 Microscope optique

Le microscope optique a été utilisé dans but de voir la morphologie surfacique des fibres ainsi que les mesures des diamètres extérieurs de ces fibres (Figure II.4). Le microscope utilisé est du type MOTIC BA310MET-T, avec un système de lumière réfléchie et transmise installé au niveau du laboratoire de mécanique appliqué de nouveaux matériaux (LMNM) de l'université 8 Mai 1945 Guelma, il est équipé d'un appareil photo numérique MOTICAM 2500 avec un pilotage programmé de traitement d'images MOTIC-IMAGES PLUS V2.0 (Figure II.3).

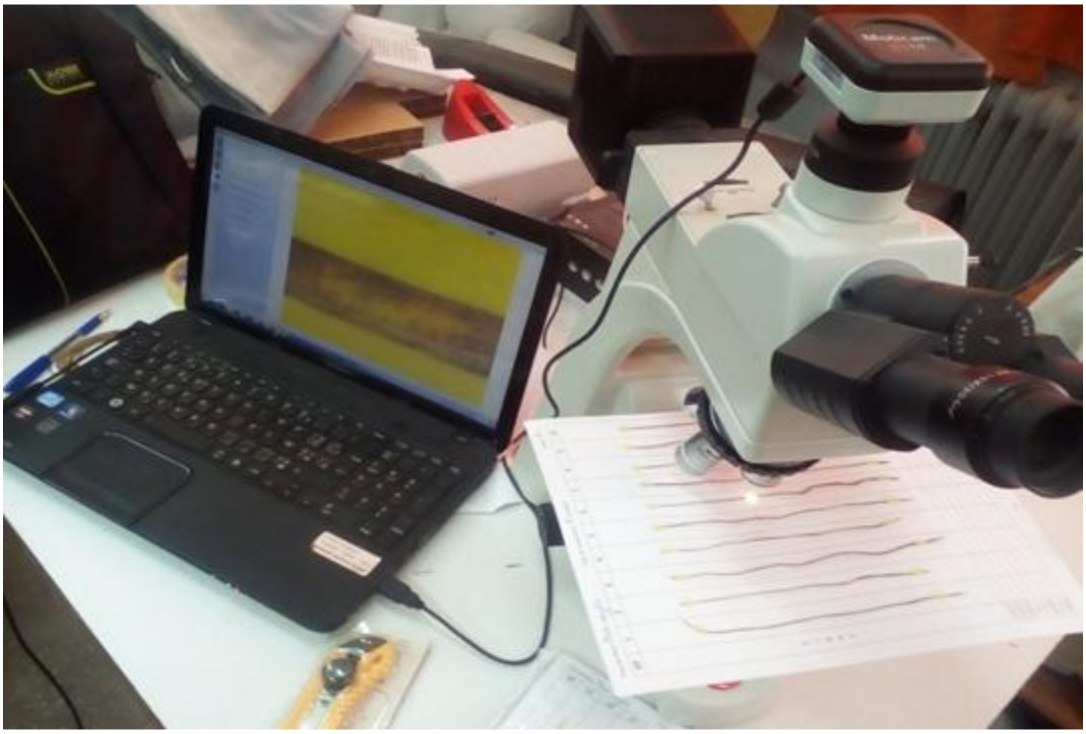


Figure II.3: Microscope optique MOTIC BA310MET-T utilisé.

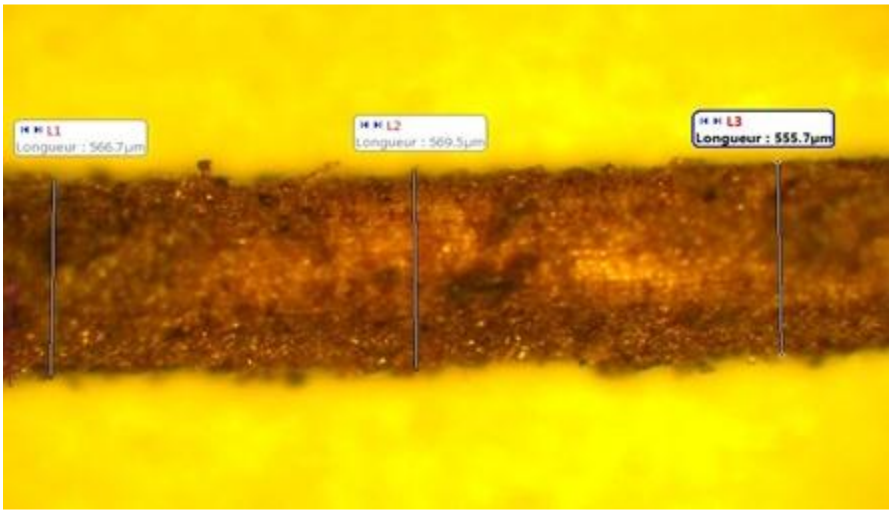


Figure II.4: Morphologie d'une fibre FMPD et la mesure de son diamètre extérieur dans trois endroits différents.

II.4.2 Microscope électronique à balayage (MEB)

La microstructure et la morphologie microscopique des fibres FMPD ont été identifiées à l'aide d'un MEB environnemental (Figure II.5), du type Quanta 250-FEI avec détecteur d'électrons secondaires Everhart Thornley (ETD), permettant l'obtention d'images de haute résolution, ainsi qu'une analyse de la composition par microanalyse à rayons X à dispersion d'énergie (EDS). Ce MEB peut fonctionner sous trois plages de pressions différentes, la pression maximale peut atteindre 2600 Pa, cela permet l'observation d'échantillons en presque toutes conditions environnementales, et qui permet d'analyser des échantillons avec une humidité et une température contrôlées, ce qui est crucial dans les échantillons élaborés par l'intermédiaire de l'eau. Cet appareil est aussi équipé avec une platine Peltier motorisée (-5°C + 55 °C), une caméra infra-rouge, un micro-injecteur et un micromanipulateur. La résolution des images peut aller jusqu'à 3584 x 3094 pixels (16 bits).

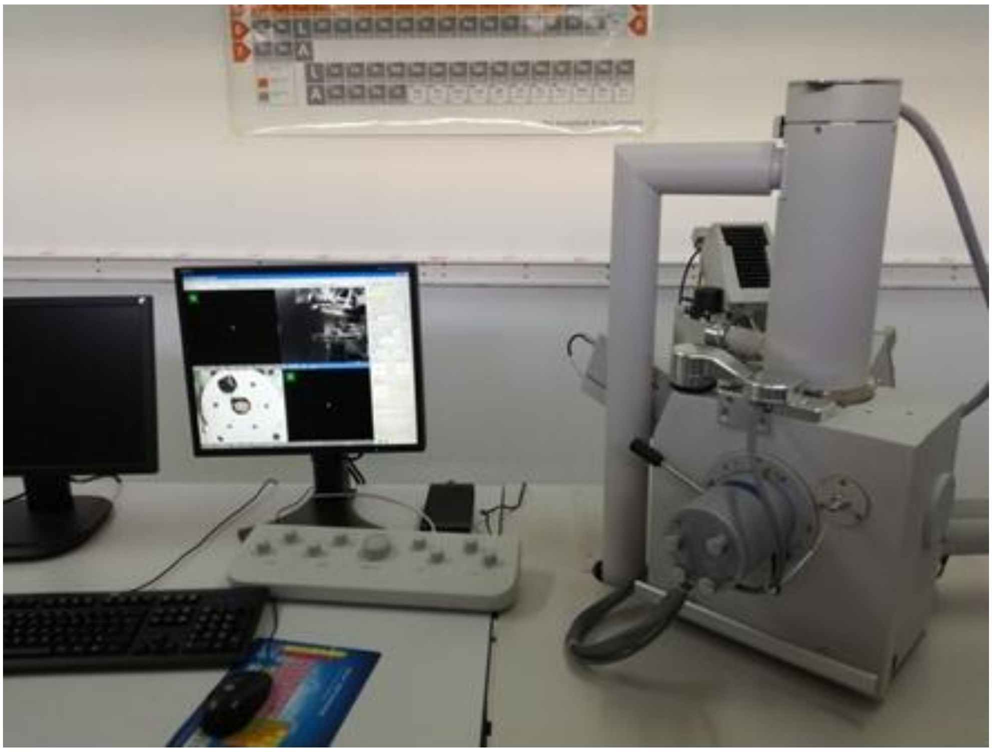


Figure II.5: Microscope électronique à balayage Quanta 250-FEI utilisé.

II.4.3 Diffractomètre à rayons X (DRX)

Les diagrammes DRX des échantillons de FMPD ont été obtenus en utilisant un diffractomètre à rayons X PANalytical Empyrean (Figure II.6) équipé d'un détecteur PIXCEL-3D et d'un rayonnement X monochromatique Cu-Kα (λ =1,5406 A°). Il s'agit d'un système de diffraction haute résolution composé d'un faisceau hautement monochromatique avec une longueur d'onde bien définie, et une divergence équatoriale qui fonctionne dans une géométrie q/q. Un miroir à rayons X et un monochromateur à haute résolution sont placés en ligne pour délivrer un faisceau de rayons X incident qui est non seulement très monochromatique avec une faible divergence, mais également de forte intensité. Des mesures de réflectométrie peuvent également être effectuées pour identifier l'épaisseur, la densité et la rugosité de la surface. L'optique peut être facilement commutée sur un miroir à rayons X seul lorsqu'une intensité plus élevée est nécessaire. De nouvelles fonctionnalités majeures sont obtenues car le système comprend le détecteur de zone PIXCEL-3D qui peut être utilisé dans plusieurs modes, dont un qui permet l'acquisition de cartes de réseau réciproques ultrarapides.

En utilisant la formule de Scherrer, la taille des cristallites (CS) pour la FMPD a été calculée par la formule suivante [3] :

$$\mathbf{CS=k*\lambda/\beta_{002}*cos\theta} \qquad \text{(II.3)}$$

Où :

CS : la taille de la cristallite (nm) ;

K : la constante de Scherrer (0,9) ;

λ: la longueur d'onde du faisceau de rayons X (1,5406 A°) ;

β : la demi-largeur maximale (FWHM) de la diffraction du pic (en rad) ;

et θ : l'angle de diffraction.

Les données DRX ont été dissociées à l'aide du logiciel MagicPlot-Pro 2.9.3 en ajustant une somme de pics amorphes et trois crêtes cristallines pour chaque courbe d'origine via une déconvolution gaussienne.



Figure II.6: Diffractomètre à rayons X (PANalytical Empyrean) utilisé.

II.4.4 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR ou (IRTF) est une technique efficace qui permet, par interprétation des spectres obtenus, d'analyser les propriétés chimiques et structurales de différents objets quel que soit leur état (solide, liquide ou gaz). L'utilisation de cette technique nous permettra d'étudier les modifications résultantes suite aux traitements effectués sur les FMPD, elle permet aussi l'identification de composés organiques, et de déterminer également la teneur d'une substance dans un mélange, ainsi que les liaisons entre les carbones d'une chaîne par identification de certaines bandes d'absorption (ou de transmission) présentées sur un spectre.

Dans ce travail, la machine FTIR utilisée et du type THERMO SCIENTIFIC NICOLET IS10 (Figure II.7) installée au niveau du Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM) de l'université 8 Mai 1945 de Guelma avec son propre logiciel d'analyse quantitative OMNIC 9.5. Tous les spectres FTIR des FMPD ont été obtenus dans un intervalle de nombre d'ondes entre 500 et 4000 cm^{-1}, à une température de 27 °C et 50% d'humidité relative.

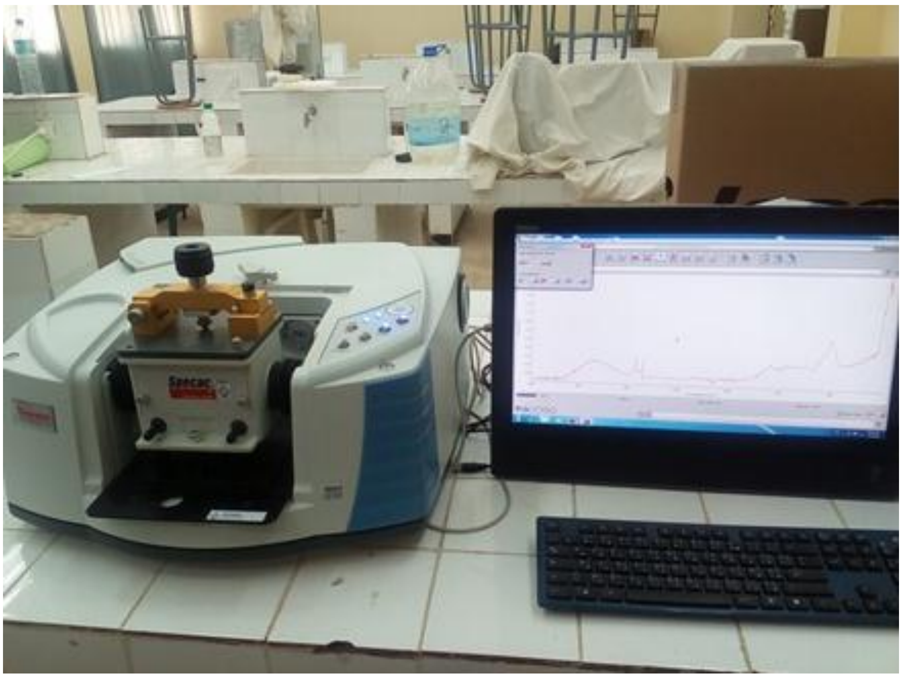


Figure II.7: Spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier de type Thermo Scientific Nicolet iS10.

II.4.5 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG), ou encore (TGA) (thermogravimetric analysis) est une technique d'analyse thermique qui consiste à la mesure de la variation de la masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donnée. Cette technique est couramment utilisée pour caractériser la décomposition et la stabilité thermique des matériaux mais aussi pour étudier la cinétique de dégradation par un processus physicochimique, elle permet entre autres de déterminer les températures de décomposition, taux de dégradation, stabilités thermiques, et les stabilités oxydantes dans une atmosphère contrôlée avec précision.

L'instrument de l'ATG utilisé dans cette recherche donne des résultats fiables grâce à l'équipement TGA / METTLER TOLEDO DSC 3+ (Figure II.8), une ultra-microbalance de précision 0,0001 mg permet de donner aux résultats une résolution inférieure au microgramme sur l'ensemble de la plage de mesure. La compensation automatique de la poussée d'Archimède réduit le temps d'analyse tout en assurant des résultats exacts. Il n'est plus nécessaire d'effectuer une mesure à blanc. L'atmosphère autour de l'échantillon est optimisée par un contrôleur de gaz (azote) équipé de débitmètres massiques. Ce contrôleur de gaz est entièrement piloté par logiciel et ne nécessite aucune intervention de l'utilisateur pour le lancement d'une mesure.



Figure II.8: Analyse thermogravimétrique ATG de type METTLER TOLEDO DSC 3+.

Pour faciliter la lecture, il est pratique de représenter la courbe dérivée (DTG) de l'ATG, ce qui permet d'identifier plus facilement les phénomènes de perte de masse puisqu'ils se présentent sous forme de pics.

II.4.6 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

La calorimétrie à balayage différentiel (en anglais, *Differential Scanning Calorimetry* DSC) permet d'étudier les transitions thermiques des matériaux, afin de déterminer les propriétés comme: la température de transition vitreuse (Tg), la température de cristallisation (Tc) et ou la température de fusion. Cette technique est souvent utilisée pour des matériaux organiques (plastiques, médicaments, adhésif, aliments, etc.) mais peut aussi être très utile pour les substances inorganiques (alliages, cristaux liquides, etc…).

L'analyse thermique par DSC de nos échantillons a été réalisée au laboratoire LMANM de l'université 8 Mai 1945 de Guelma à l'aide d'un appareil METTLER TOLEDO DSC 3+ STARE SYSTEM (Figure II.9). Elle mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence qui permet d'enregistrer les effets exothermiques ou endothermiques provoqués par des modifications physiques ou chimiques des matériaux. La mesure est réalisée avec une vitesse de montée en température de 10 ^{O}C/min sous un balayage d'Azote, ou la plage de température varie de -150 à 600 ^{O}C pour une seule mesure.

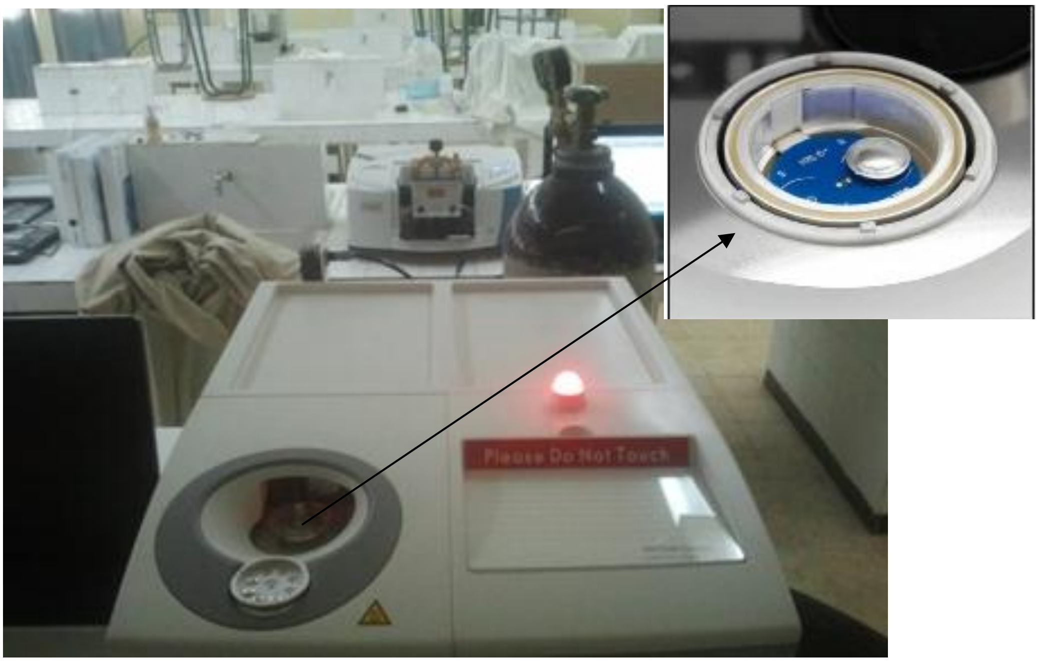


Figure II.9: Analyse calorimétrique différentielle de type METTLER TOLEDO DSC 3+

II.4.7 Essai mécanique de traction des fibres de mesh de palmier dattier (FMPD)

Dans cette recherche, la performance mécanique visée des fibres ainsi que leurs bio-composites est contrôlée par les réponses essentielles à savoir: les déformations provoquées par les déplacements générés par la force de traction, les contraintes et le module de Young. Deux types de FMPD ont été testés en traction:

- Les fibres brutes (non traitées), mises en traction directement après leurs extractions. Cinq longueurs de mesure entre mors (GL) ont été choisies (10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm et 50 mm) afin de favoriser la longueur la plus optimale qui nous donne les propriétés mécaniques les plus élevées en traction.
- Les fibres traitées chimiquement par NaOH selon un plan Taguchi L25. Ce plan d'expérience a été établi en considérant les facteurs les plus influents sur les propriétés mécaniques à savoir: le pourcentage (%) de NaOH et le temps (h) d'immersion dans la solution chimique. Le tableau II.1 récapitule les facteurs et niveaux utilisés dans la conception d'un plan d'expérience Taguchi L25.

Tableau II.1: Facteurs et niveaux utilisés dans la conception d'un plan d'expérience Taguchi.

Facteurs	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4	Niveau 5
NaOH (%)	0.5	1	2	3	5
Temps d'immersion (h)	0.5	1	2	4	8

L'adoption de deux facteurs ayant chacun cinq niveaux, permet d'avoir la conception d'un plan d'expérience Taguchi réduit L25 (5^2) (Tableau II.2). En d'autres termes, le tableau orthogonal obtenu conduit à avoir 25 types d'expériences suffisantes pour optimiser les facteurs considérés. Ensuite, les résultats expérimentaux obtenus peuvent être analysés par un rapport signal/bruit en évaluant l'effet des paramètres et leurs niveaux sur la réponse.

Tableau II.2: Représentation de la conception expérimentale de Taguchi L25 pour l'essai de traction des FMPD.

Tests	NaOH (%)	Temps d'immersion (heur)
1	0.5	0.5
2	0.5	1.0
3	0.5	2.0
4	0.5	4.0
5	0.5	8.0
6	1.0	0.5
7	1.0	1.0
8	1.0	2.0
9	1.0	4.0
10	1.0	8.0
11	2.0	0.5
12	2.0	1.0
13	2.0	2.0
14	2.0	4.0
15	2.0	8.0
16	3.0	0.5
17	3.0	1.0
18	3.0	2.0
19	3.0	4.0
20	3.0	8.0
21	5.0	0.5
22	5.0	1.0
23	5.0	2.0
24	5.0	4.0
25	5.0	8.0

II.4.8 Elaboration des bio-composite à matrice cimentaire renforcés de FMPD

Dans le cadre de la valorisation des déchets fibreux agricoles locaux issus des palmiers dattier, est spécialement les fibres de mesh des palmiers dattiers (FMPD), des bio-composites à matrice cimentaire renforcée par ce type de fibres sont élaborées pour une ultérieure utilisation dans des applications non structurelles, dans les constructions des zones arides et semi-arides situées au sud Algérien.

Pour concrétiser cet objectif, différents programmes expérimentaux d'élaboration des bio-composites à base de FMPD ont été lancés au niveau du laboratoire LMNM de l'université 8 mai 1945 de Guelma. Pour cela, et afin de minimiser le nombre d'essais les plus faibles possible, et permettent l'élaboration des bio-mortiers à moindres coûts expérimentaux possible, une planification d'un plan d'expérience d'élaboration de 27 types de tests a été établi en utilisant la méthodologie de surface de réponse (RSM) établi par le logiciel Test expert version 17, combinant quatre paramètres d'élaboration (Tableau II.3) à savoir:

(A) le pourcentage d'incorporation de fibres dans le mortier en %,

(B) la longueur des fibres en mm,

(C) le pourcentage de concentration de l'élément alcalin NaOH en % ainsi que

(D) le temps d'immersion des fibres dans la solution chimique en h.

Ceci est réalisable afin de distinguer l'influence de ces paramètres sur les propriétés mécaniques des bio-mortiers en termes de contrainte ultime, déplacement à la rupture et de module de Young par des essais de flexion 3-points et de compression après 28 jours de durcissement des échantillons.

Tableau II.3: Facteurs d'élaborations des bio-composites et leurs niveaux suivant la méthode RSM.

Facteurs	Symboles	Niveau		
		Min (-1)	Moyen (0)	Max (+1)
Fibres (%)	A	1	3	5
Longueurs (mm)	B	5	10	15
NaOH (%)	C	1	3	5
Temps (h)	D	2	8	14

La conception d'expériences DOE (Design of Experiments) utilisée dans cette méthodologie nécessite un intervalle de calcul limité, des différents niveaux utilisés, désigné par les codes (-1) et (+1) qui signifie respectivement le minimum et le maximum des valeurs des niveaux affectés aux facteurs, centrée par une valeur moyenne (0).

Dans cette étude, un total de 81 types d'essais expérimentaux est possible, tant dis qu'avec la combinaison de la méthode RSM, en utilisant le logiciel Design expert 17 et avec l'option de Box-Behnken (BBD) pour optimiser les paramètres d'élaboration et selon la conception du réseau orthogonal L27 choisi pour la mise en œuvre du plan expérimentale, seule 27 différents bio-composites qui seront testés en flexion 3-points et en compression.

Les différents niveaux et variables utilisés dans le plan expérience L27 sont présentés dans le tableau II.4.

Tableau II.4 : Plan d'élaboration des bio-composites L27 établi par la méthode RSM, contenant quatre facteurs ayant chacun trois niveaux.

Run	**Facteur 1**	**Facteur 2**	**Facteur 3**	**Facteur 4**
	A: Fibres (%)	**B: longueur Fibres (mm)**	**C: NaOH (%)**	**D: Temps (h)**
1	1	15	3	8
2	5	10	3	14
3	5	5	3	8
4	3	10	1	2
5	3	5	5	8
6	3	10	3	8
7	3	15	3	2
8	1	5	3	8
9	1	10	5	8
10	5	10	5	8
11	3	15	5	8
12	3	10	3	8
13	5	10	3	2
14	1	10	1	8
15	3	10	5	2
16	1	10	3	14

17	1	10	3	2
18	3	5	1	8
19	3	15	1	8
20	5	10	1	8
21	3	5	3	2
22	3	10	3	8
23	3	5	3	14
24	3	10	5	14
25	3	10	1	14
26	5	15	3	8
27	3	15	3	14

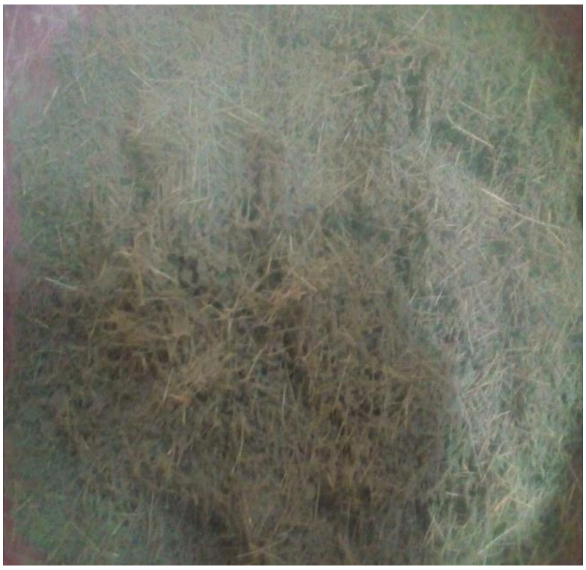
À partir du plan d'expérience L27 (Tableau II.4), et conformément à la norme européenne NF-EN 196-1 [121] pour la préparation d'un mortier normalisé, les composites de mortiers sable/ciment renforcés de fibres de Mesh du palmier dattier (FMPD) ont été préparés pour être testés dans cette étude.

Pour ce faire, le sable utilisé a été tamisé puis sécher à 105 degrés pendant 24 heures avant d'être utilisé (FigureII.10.a). Des mortiers constitués de 450 ±2 g de ciment, 1350 ±5 g de sable et 225 ±1 g d'eau, avec différentes quantités de DPMF réparties aléatoirement, ont été malaxés pendant 4 à 5 min selon les exigences de la norme (FigureII.10.b). Le mélange a ensuite été coulé dans des moules prismatiques 4 x 4 x 16 cm^3 généralement conçus pour les essais de flexion (Figure II.11.a), et dans des moules cubiques 5 x 5 x 5 cm^3 pour les essais de compression (Figure II.11.b) respectivement selon les normes ASTM C348-14 [122] et ASTM C109/C109M [123].

Les échantillons ont été démoulés après 24 heures et, par la suite, séchés à température ambiante pendant 28 jours avant d'être testés. Enfin, chacun des 27 types d'éprouvettes, a été testé au moins 3 fois (avec le mortier non renforcé totalise un minimum de 84 essais en flexion et le même nombre en compression) en raison des variations qui peuvent se produire.

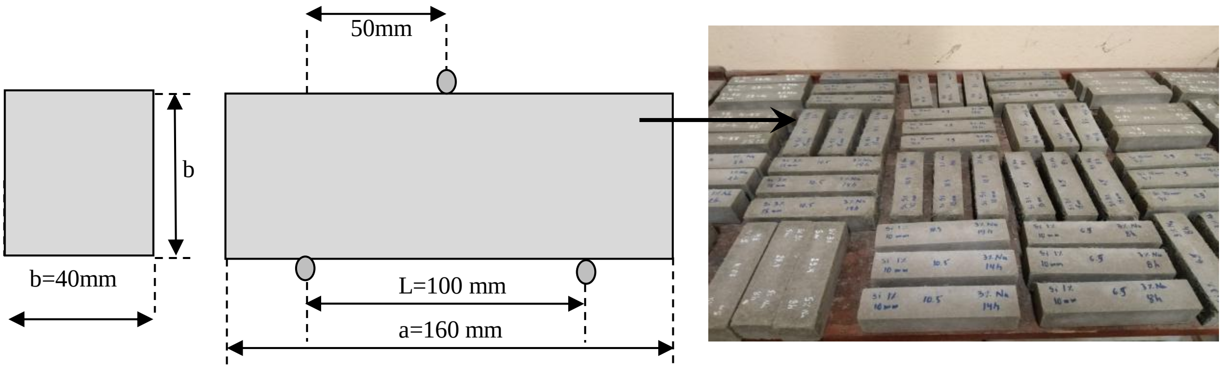


-a-

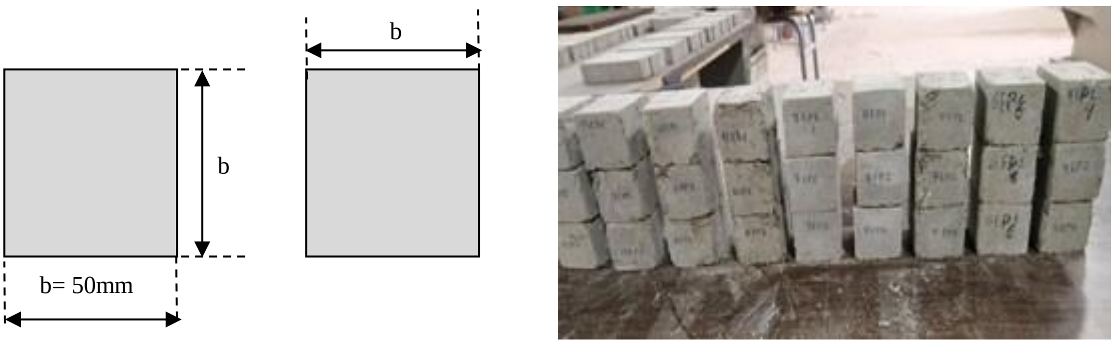


-b-

Figure II.10: Méthodologie de préparation des échantillons en bio-composites: a) séchage de sable, b) mélange mortier/FMPD



-a-



-b-

Figure II.11: Échantillonnage normalisé de mortier renforcé de bio-fibres pour essai de: a) flexion et b) compression.

II.4.9 Machines d'essais mécaniques

II.4.9.1 Essai de traction sur la fibre FMPD

Les propriétés mécaniques, en termes de contrainte, déformation à la rupture ainsi que le module de Young des FMPD issues de l'essai de traction statique ont été déterminées à l'aide d'une machine universelle du type ***Zwick / Roell Z 2.5*** (Figure II.12), installée au laboratoire de mécanique à l'université de Boumerdes, avec une cellule de charge 2,5 kN conformément à la norme ASTM D3822-01/07 [124]. En utilisant cinq différentes longueurs de mesure (GL) 10, 20, 30, 40 et 50 mm, les FMPD brutes sont testées sous une charge de traction monotone en vue d'obtenir la longueur (GL) permettant l'obtention des caractéristiques mécaniques en traction les plus élevés et qui seront utilisés ultérieurement pour les FMPD traitées chimiquement par NaOH.

En raison de la variabilité des propriétés des fibres naturelles, les FMPD sont organisées en 30 séries, y compris 5 séries des fibres brutes, chaque série ayant 25 échantillons de fibre, donc un total de 750 échantillons au moins sont testés. Etant donné que les essais de traction ont été effectués avec une vitesse de 2 mm/min, à température ambiante (environ 24 °C) et un taux d'humidité de l'ordre de 60 %.

La section transversale de la fibre a été calculée à partir du diamètre mesuré par le microscope optique mentionné précédemment (paragraphe II.4.1), en supposant une fibre est de forme cylindrique et une moyenne de trois lectures ponctuelles différentes sont enlevées. Les valeurs de la force et du déplacement de la fibre sont enregistrées simultanément, en revanche, la contrainte et la déformation à la rupture, peuvent être estimées grâce aux relations (équations II.4 et II.5) :

$$\sigma = F/S = F/\pi r^2 \quad \text{(II.4)}$$

$$\varepsilon = \Delta l/l \quad \text{(II.5)}$$

Où :

F: Force (N) ;

S: Section de la fibre en (mm^2).

Il est important de signaler que le module de Young a été calculé dans la partie élastique de la courbe contrainte/déformation.



Figure II.12: Machine de traction universelle type Zwick / Roell Z2.5

II.4.9.2 Essai de compression sur les bio-composites

L’essai de compression constitue l’un des essais les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux de construction à base de ciment (mortier, béton, béton armée, ... etc.). Il permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées suivant la norme ASTM C109 / C109M [123], il consiste à appliquer un effort de compression à un échantillon reposant sur une surface indéformable. Cette sollicitation provoque un écrasement de l’éprouvette, et on mesure simultanément les contraintes et déformations au cours de l’essai.

Les essais de compression des échantillons en bio-composite mortier/ FMPD ont été réalisés à température et a pression ambiante, sur une machine de traction universel type Walter & Bai (Figure II.13), avec une vitesse de 2 mm/min.

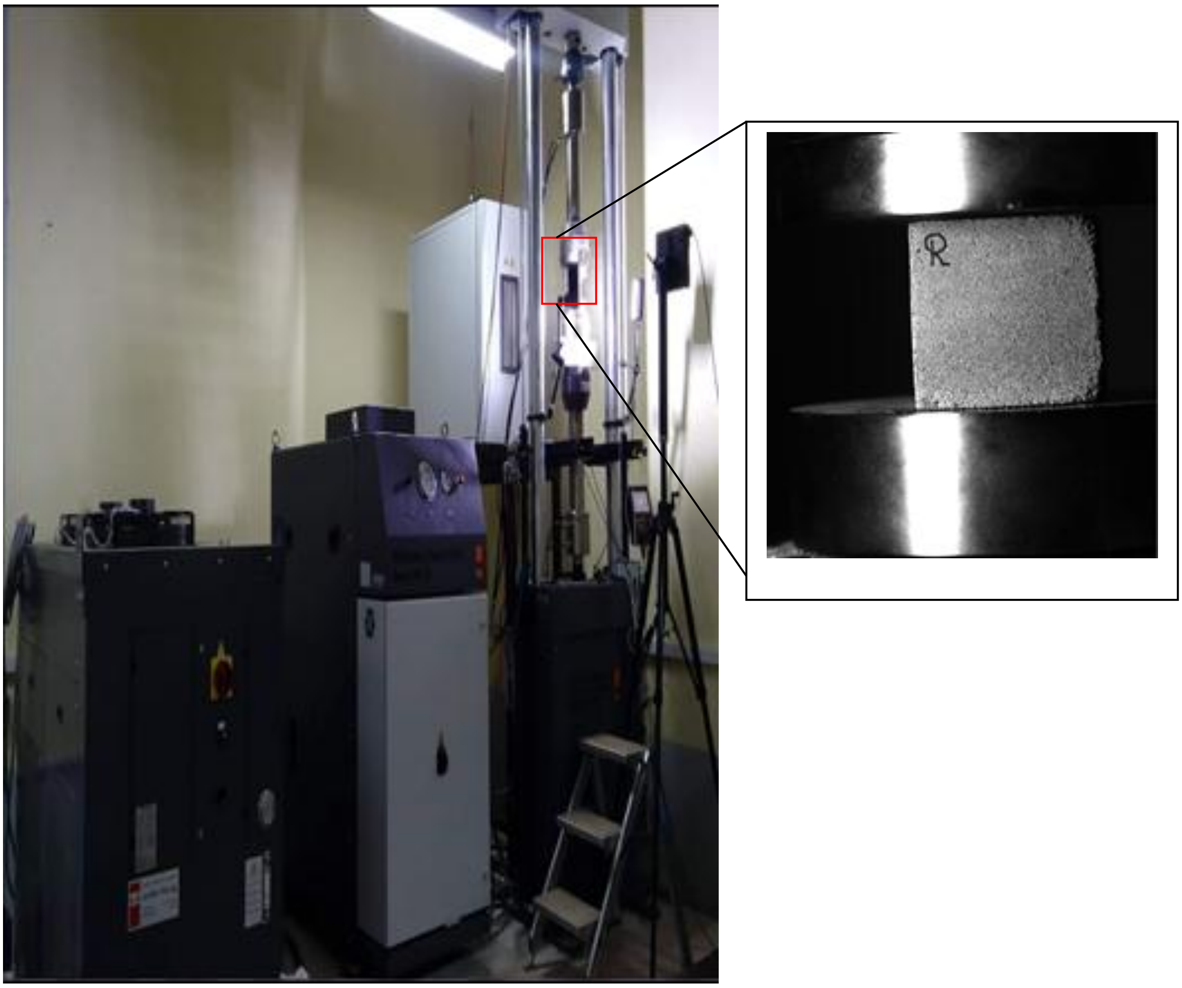


Figure II.13: Machine d'essai de compression type Walter & Bai.

II.4.9.3 Essai de flexion 3-points sur le bio-composite

Dans cette recherche, outre que l'essai de compression, l'essai de flexion 3-points a été adopté afin de déterminer la contrainte ultime, déplacement et le module de Young. La même machine Walter & Bai (Figure II.14) a été utilisée pour des essais statiques de flexion 3-points effectués sur des bio-mortiers, élaborés à base de FMPD. Les tests ont été effectués dans les mêmes conditions avec une vitesse de déplacement de 2 mm/min, 22 °C de température et une humidité relative moyenne environ 45%.

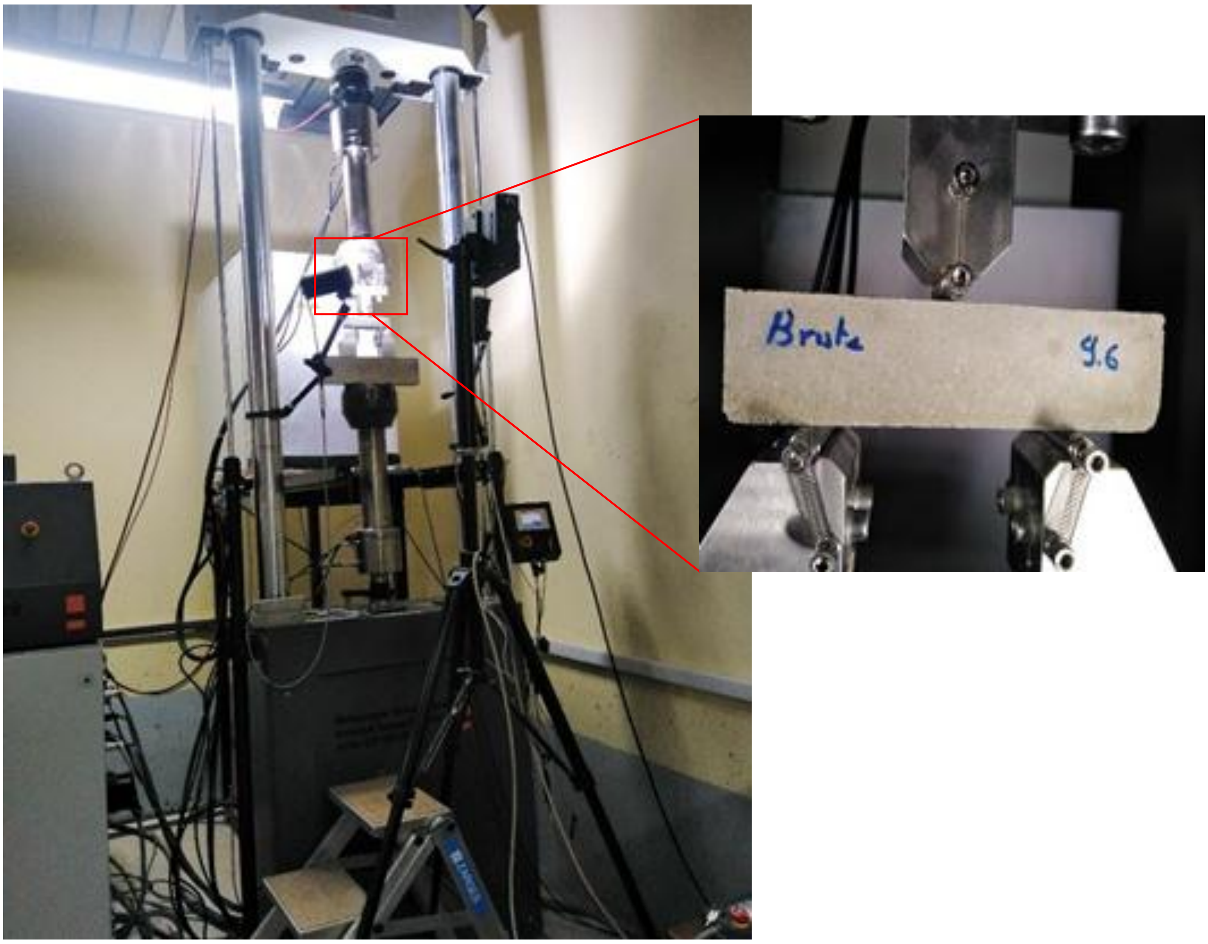


Figure II.14: Machine d'essai de flexion 3-points type Walter & Bai.

II.5 Conclusion

Ce chapitre présente en détail les moyens expérimentaux ainsi que la description du matériels utilisés qui ont servi à la caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique de la fibre de mech extraite de la plante palmier dattier (FMPD), ainsi que les bio-composites élaborés renforcés par ce type de fibres. Les normes utilisées pour les essais statiques effectués en traction des FMPD, en compression et en flexion des bio-composites ont été aussi définis, alors que la conception du plan d'expérience par des approches statistique en utilisant soit la méthode de Taguchi pour la formulation d'un plan d'expérience désigné pour les FMPD, soit pour la formulation d'un plan d'expérience par la méthode RSM en vue de l'élaboration des composites renforcés par les FMPD.

Chapitre III

Caractérisation morphologique, thermo-physique et analyse statistique du comportement mécanique des FMPD

III.1 Introduction

Pour comprendre la contribution des fibres de Mesh de palmier dattier (FMPD) dans un système composite, les caractéristiques de la fibre doivent être maitrisées et évaluées de manière exhaustive. L'un des problèmes majeurs concernant l'utilisation des fibres végétale dans l'industrie des composites (polymères, de construction ou autres) est l'incompatibilité entre les fibres hydrophiles et la matrice hydrophobe, ce qui affaiblit l'adhérence interfaciale, entraînant un transfert de charge inefficace de la matrice aux fibres.

Ce chapitre décrit l'évaluation des résultats obtenus par différentes techniques de caractérisations soit structurelle, thermo-physique et mécanique des FMPDs brutes et traitées, ainsi que les propriétés interfaciales correspondantes. L'interprétation des différents résultats obtenus soit par : la morphologie macro et microscopique des FMPDs, l'analyse microstructurale par DRX, l'étude des propriétés thermo-physique estimée par ATG et DSC, les liaisons chimiques ainsi que les groupements fonctionnels obtenus par FTIR, et les propriétés mécaniques en termes de contrainte, déformation et module de Young évaluées par des essais de traction sont exposées dans ce chapitre. Une étude statistique supplémentaire des propriétés mécaniques précitées des FMPD a été envisagée, dans le cadre d'évaluer la dépendance de ces propriétés entre eux par l'identification des coefficients de corrélations des différentes réponses mécaniques.

III.2 Analyse morphologique et structurale des FMPDs

III.2.1 Microscopie optique

Dans le but d'identifier la morphologie structurale des FMPDs brutes et celles traitées par un alcalin (NaOH) afin d'identifier les changements dans la structure, des examens macroscopiques ont été effectués. Les micrographies des fibres brutes (non traitées) et celles traitées chimiquement sont représentées respectivement dans les figures III.1 et III.2. Pour cette raison, le diamètre des FMPDs a été mesuré en utilisant un microscope optique *ZEISS* équipé d'une caméra numérique *Moticam 2500* et piloté par un logiciel de traitement d'image *Motic Images Plus V2.0*. Les fibres peuvent avoir une variation de leur diamètre le long de leur longueur, à cet effet, la section transversale effective des fibres a été déterminée en utilisant leur diamètre moyen tout en supposant que leurs formes soient cylindriques pour simplifier l'analyse.

La figure III.1 montre des vues latérales des micrographies optiques de FMPDs non traitées. Ces micrographies montrent une morphologie variable, à la fois en termes de taille et de forme, la surface externe de la fibre est rugueuse et protégée par une couche externe épaisse, riche en pectines et en cires, peut atteindre 25 µm, qui la rendent totalement hydrophile, toutefois, certaines fibrilles exposées étaient également visibles.

Les résultats des morphologies des surfaces longitudinales obtenus sont similaires à ceux de palmier dattier de Faesal *et al.* [125] ainsi que d'autres fibres végétales (FV) brutes telles que la fibre de *Juncus Effusus* reporté par Maache [3]. Généralement la surface latérale de la fibre brute contient abondamment des contaminants, y compris de petites branches de fibrilles, des impuretés telles que des poussières ou encore de l'hémicellulose et de la pectine. Ces impuretés agissent comme des défauts de fibres naturelles et on s'attend qu'ils diminuent les propriétés mécaniques et thermo-physiques des FMPD, car ces contaminants augmentent le diamètre des fibres et ne peuvent supporter aucune charge de traction. De plus, ils diminuent la compatibilité entre les renforts de fibres et la matrice dans les composites, ce qui provoque la réduction de l'adhérence interfaciale, conduisant ainsi à diminution du transfert de charge fibres/matrice.

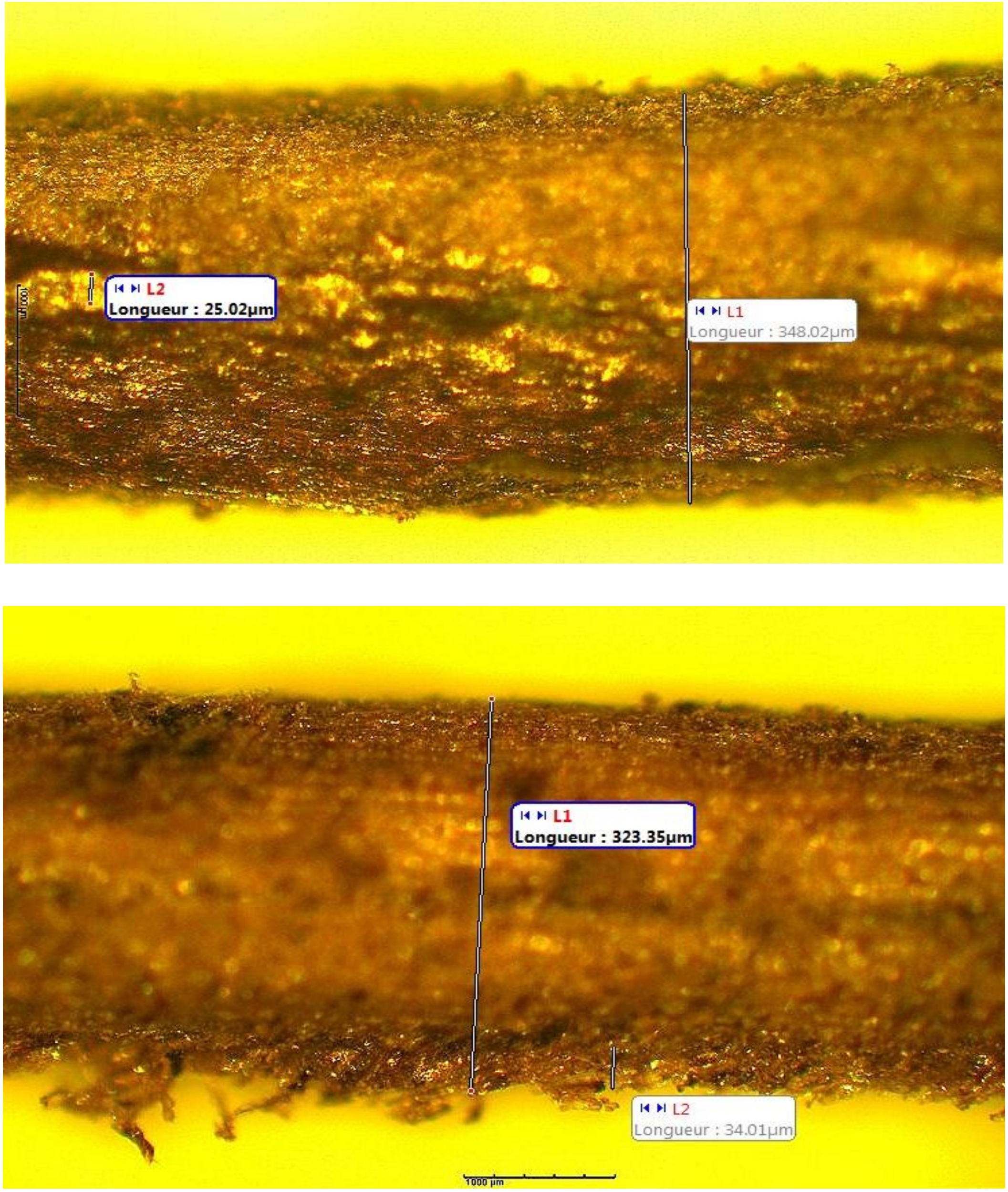


Figure III.1 : Micrographies des fibres de Mesh de palmier dattier (FMPD) brutes.

De plus, la figure III.2 montre l'effet des traitements alcalin pour différentes concentrations de NaOH sur la morphologie de surface des FMPDs. Avec un traitement à 1 % de NaOH, les micrographies illustrées à la figure III.2.a indiquent évidemment que l'hydroxyle de sodium agit directement sur les parois cellulaires primaires, entraînant l'élimination faible et graduelle de cire et de corps gras qui recouvrent la fibre. Cette élimination devient de plus en plus forte si le diamètre de la fibre est petit (Figure III.2.a).

La surface de la fibre est encore moins rugueuse avec un traitement 2 % NaOH (Figure III.2.b), et certaines portions de cire, de corps gras, d'hémicellulose et de pectine ont été observées à partir de la micrographie optique, avec toujours une élimination progressive, c'est-à-dire que certaines parois cellulaires peuvent être enlevées. Cela est en bon accord avec les travaux donnés par Alsaeed *et al.* [95].

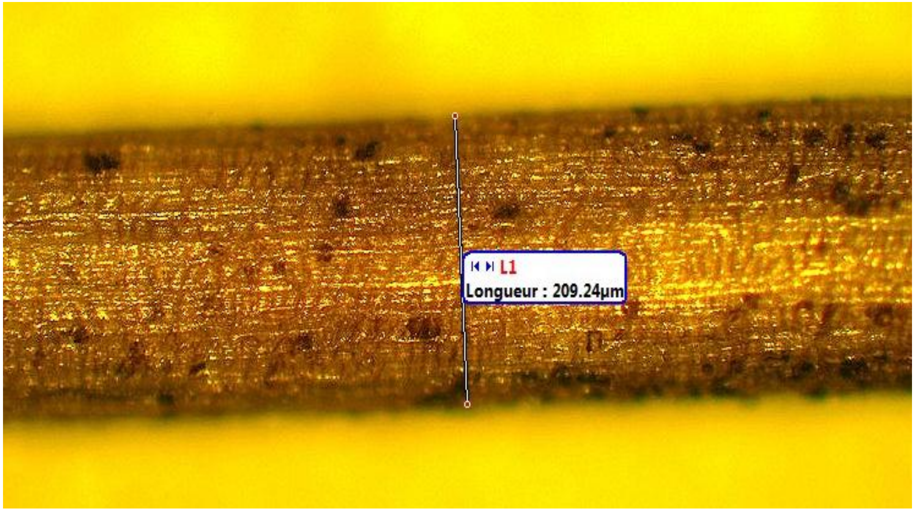
À partir des traitements de 3 % à 5 % de NaOH (Figure III.2.c et III.2.d), on peut y voir clairement que le traitement au NaOH agit de façon très significative sur les parois cellulaires de la surface entraînant une certaine désintégration de la matrice éprouvée par l'élimination d'hémicelluloses et encore la dissolution des pectines. Cela permet une modification de la composition, une rugosité élevée avec une hydrophobicité très faible.



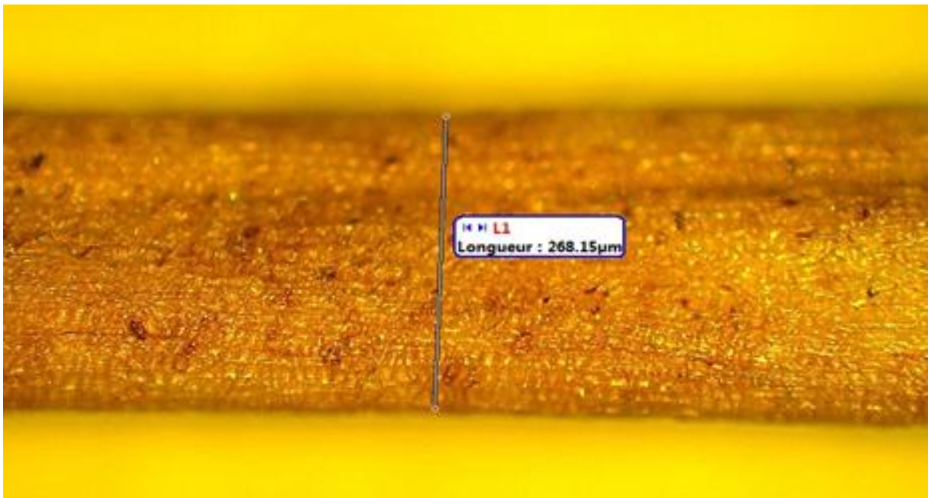
-a-



-b-



-c-



-d-

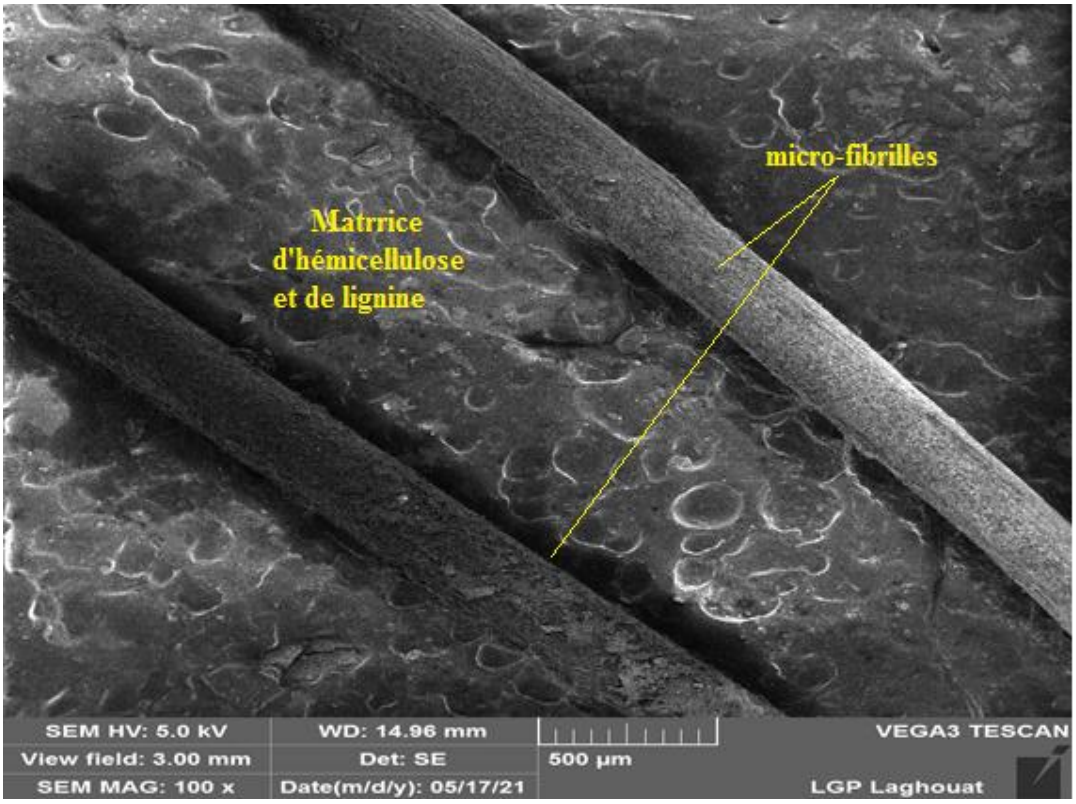
Figure III.2 : Micrographies des fibres de Mesh de palmier dattier traitées à :
a) 1% NaOH; b) 2% NaOH; c) 3% NaOH; et d) 5% NaOH.

III.2.2 Microscopie électronique à balayage

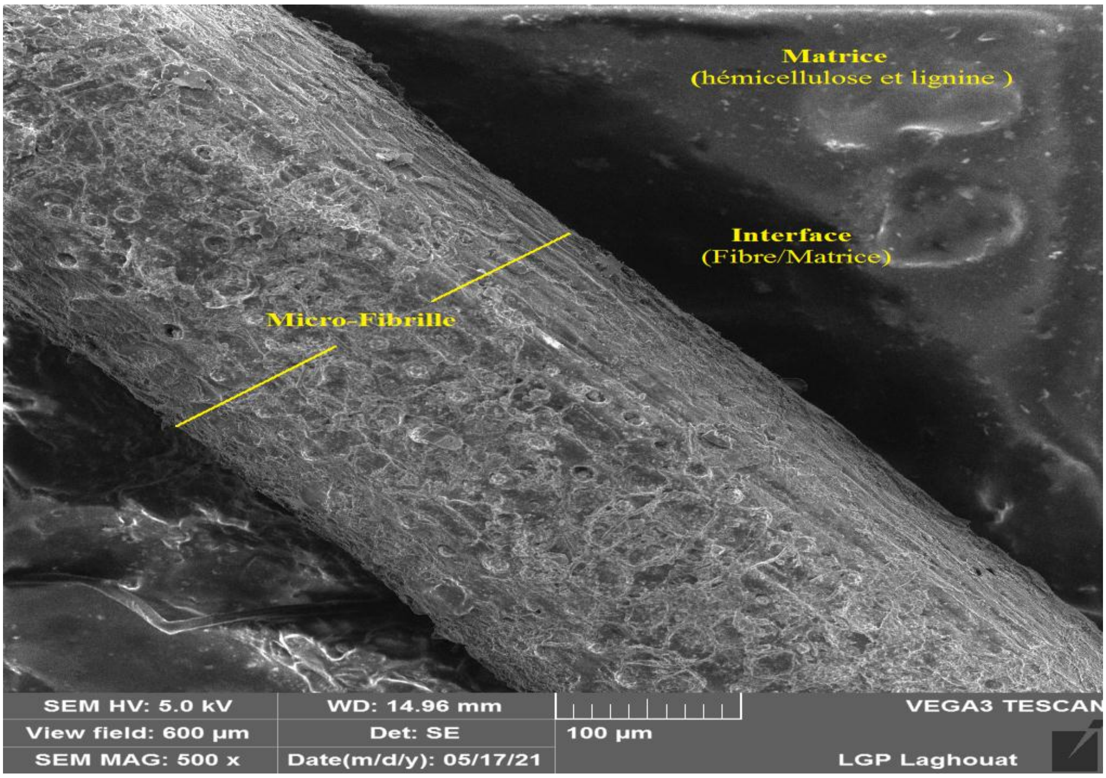
Afin de mieux voir la morphologie de la surface externe des FMPDs, une analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) avec différentes magnifications est indispensable pour comprendre le comportement mécanique, thermo-physique et l'identification des phénomènes de dégradations possibles ou les anomalies présentes dans la structure.

Pour cela, un premier agrandissement (x 100) de la structure des fibres de mesh du palmier dattier (FMPD) montre clairement que cette structure est constituée d'un certain nombre de micro-fibrilles (faisceaux de fibres) de celluloses immergées dans une matrice d'hémicellulose et de la lignine de composition variable comme le montre la figure III.3.a.

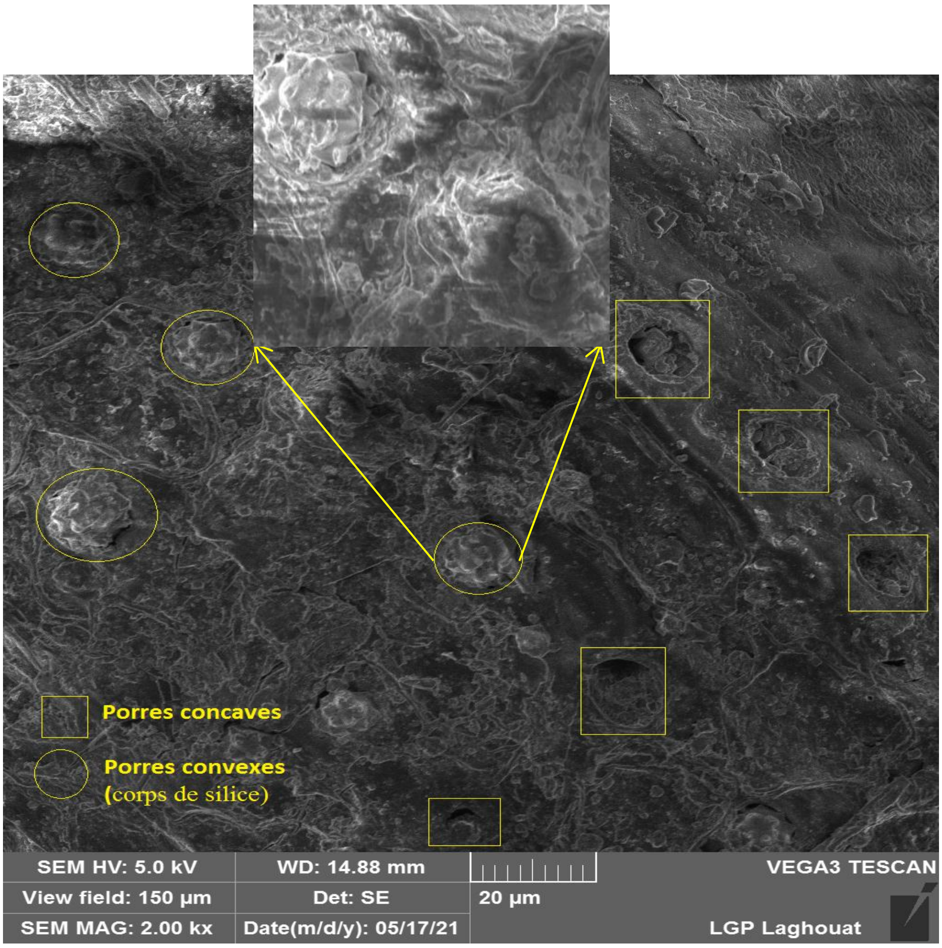
La lignine est hydrophile, empêche les attaques bactériennes, l'hémicellulose agit comme un liant entre les micro-fibrilles de cellulose, qui assurent la résistance mécanique de la fibre, ceci est en bonne concordance avec les travaux de recherche menés par Mohamed E. Ali [86], Elsayed et Elbadry [94]. L'augmentation de l'agrandissement des FMPDs à x 500 et à x 2000 présentées respectivement dans la figure III.3.b et la figure III.3.c permettent de montrer la microstructure d'une micro-fibrille. Il est possible d'observer un ensemble des pores (cavités) concaves et convexes, interconnectées avec un ensemble de corps sphériques de forme épineuse appelés corps de silice, qui sont ancrés dans des cavités elliptiques propagées à leur surface (Figure III.3c) généralement responsable de la faible conductivité thermique, ce qui explique la forte absorption d'eau dans la fibre [126].


micro-fibrilles
Matrrice
d'hémicellulose
et de lignine
SEM HV: 5.0 kV
WD: 14.96 mm
VEGA3 TESCAN
View field: 3.00 mm
Det: SE
500 µm
SEM MAG: 100 x
Date(m/d/y): 05/17/21
LGP Laghouat

-a-


Matrice
(hémicellulose et lignine)
Interface
(Fibre/Matrice)
Micro-Fibrille
SEM HV: 5.0 kV
WD: 14.96 mm
VEGA3 TESCAN
View field: 600 µm
Det: SE
100 µm
SEM MAG: 500 x
Date(m/d/y): 05/17/21
LGP Laghouat

-b-



-c-

Figure III.3 : Micrographies électroniques à balayage des FMPD brutes.

III.2.3 Analyse de la variation du diamètre

Pour un enrichissement de la recherche concernant les paramètres les plus influents sur les différents comportements étudiés concernant les FMPDs, le diamètre de la fibre ainsi que celle de la couche des composées amorphes recouvrent la fibre a été mesuré par microscope optique, illustré précédemment à la figure III.1 et III.2, varient successivement de 326 µm et 0,25 µm. Les traitements thermiques par immersion de la fibre dans une solution en NaOH de différentes concentrations progressives permettent de diminuer le diamètre de la fibre ainsi qu'éliminait la couche cellulosique attribuée. Dans une étude à échelle micrométrique menée par Ahmad Alawar *et al*. [98], l'observation par MEB de l'épaisseur de la couche cellulosique ou des éléments constitutifs des fibres de FMPD sont d'environ 5 à 20 µm. Le mécanisme de la variation du diamètre moyen à partir de plusieurs fibres pour chaque concentration de

traitement est illustré à la figure III.4. Le diamètre moyen diminue au fur et à mesure que les fibres subissent une alcalinisation jusqu'à 5% de NaOH., ceci est en bonne concordance avec les micrographies des figures III.1 et III.2, qui montrent l'élimination de la paroi cellulaire des fibres ainsi que d'autres impuretés de surface, entrainant une désintégration de la matrice (hémicellulose et pectine), permettant de réduire le diamètre des fibres alcalinisées. Ceci est probablement dû à l'affaiblissement de l'interaction entre les fibrilles dans le faisceau de fibres qui conduit à une désintégration partielle. Ce phénomène peut être démontré sur la figure III.4 où l'érosion de la paroi cellulaire et l'élimination partielle de la matrice fibreuse conduisent à la séparation des fibrilles individuelles.

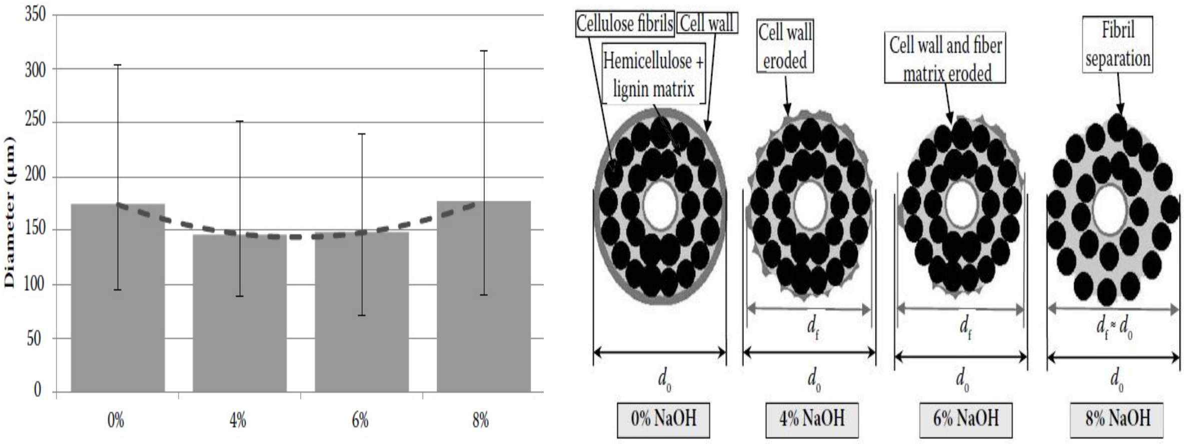


Figure III.4 : Mécanisme de variation des diamètres par alcalinisation [10].

III.3 Analyse du comportement thermo-physique

III.3.1 Analyse par EDX et DRX

La diffraction par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX) obtenue pour les échantillons FMPDs brutes, est une technique d'analyse couramment utilisée pour évaluer l'indice cristallin (IC), en vue d'étudier les changements des structures physiques des fibres. La figure III.5 montre l'imagerie spectrale générée par EDX pour les FMPDs, les principaux constituants des fibres analysées sont : le carbone (C), l'oxygène (O), silicium (Si), et de petites quantités, d'aluminium (Al), de potassium (K), de Magnésium (Mg), de calcium (Ca), de soufre (S), et de sodium (Na), ils sont les composants essentiels structurels des fibres végétales [16]. L'examen des spectres générés par spectroscopie à rayons X montre que le carbone et l'oxygène sont les principaux constituants pour les FMPD, comme ils sont trouvés dans toutes autres fibres végétales (FV).

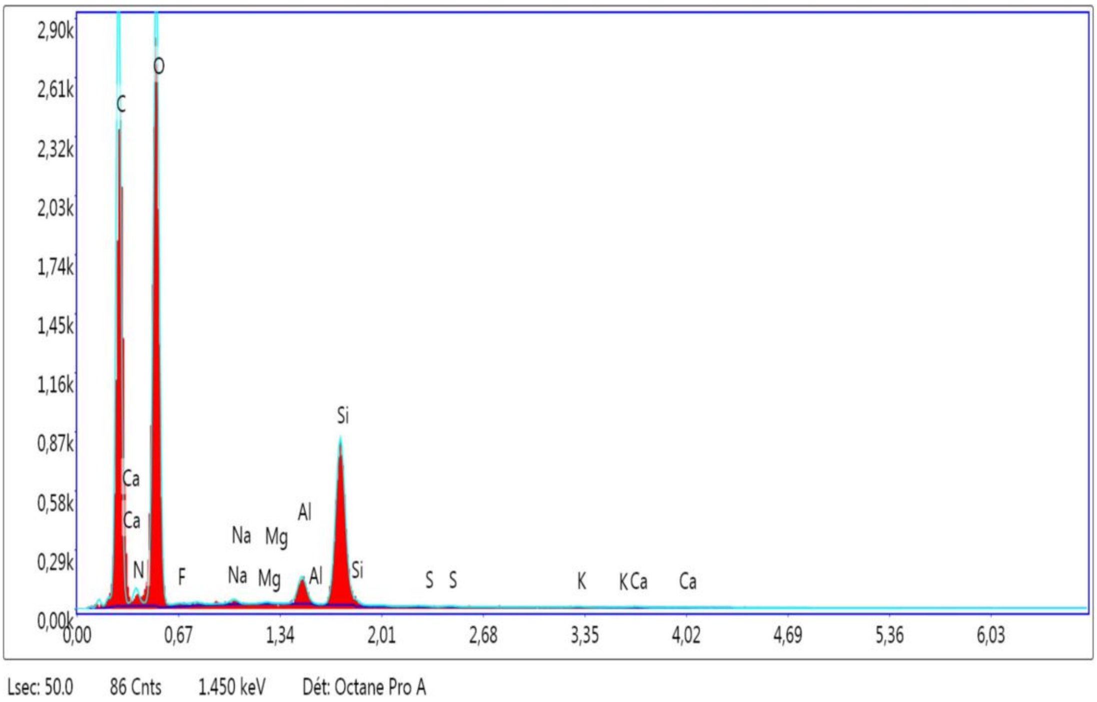


Figure III.5 : Imagerie spectrale générée par EDX des FMPDs.

Le tableau III.1 représente les éléments chimiques constituent la structure des FMPDs, extrait à partir des résultats obtenus par l'imagerie spectrale montrée dans la figure III.5. Les éléments principaux interviennent dans la constitution de la structure des FMPD sont celles ayant des intensités élevées tel : le carbone (C), l'oxygène (O) et le silicium (Si).

Tableau III.1: Eléments chimiques constituent les FMPD.

Elément	% masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %	Kratio	Z	A	F
C	44,01	51,91	264,23	9,04	0,1887	1,037	0,413	1,000
N	2,97	3,01	7,26	74,00	0,0033	1,005	0,108	1,000
O	48,02	42,52	312,42	11,00	0,0816	0,978	0,173	1,000
F	0,08	0,06	0,40	99,99	0,0001	0,904	0,108	1,000
Na	0,26	0,16	3,08	35,69	0,0007	0,875	0,295	1,001
Mg	0,08	0,05	1,89	49,51	0,0003	0,886	0,454	1,002
Al	0,71	0,37	20,80	11,19	0,0038	0,850	0,625	1,004
Si	3,72	1,88	129,54	6,12	0,0247	0,866	0,763	1,003
S	0,01	0,01	0,35	87,06	0,0001	0,842	0,910	1,009
K	0,05	0,02	1,04	73,16	0,0004	0,789	1,027	1,029
Ca	0,08	0,03	1,30	68,26	0,0007	0,800	1,038	1,038

Le spectre de diffraction des rayons X (DRX) de la FMPD non traitée, est représenté dans la figure III.6, il se caractérise par la présence de trois pics. Le pic d'intensité le plus élevé a été observé à 2θ=22,2° qui a été attribué au plan cristallographique (002), contribue à la phase amorphe et les fractions cristallines, le pic d'intensité moyenne à 2θ=15,9°, affecté au plan cristallographique (110) et un pic de faible intensité à 2θ=35°, donné au plan (004).

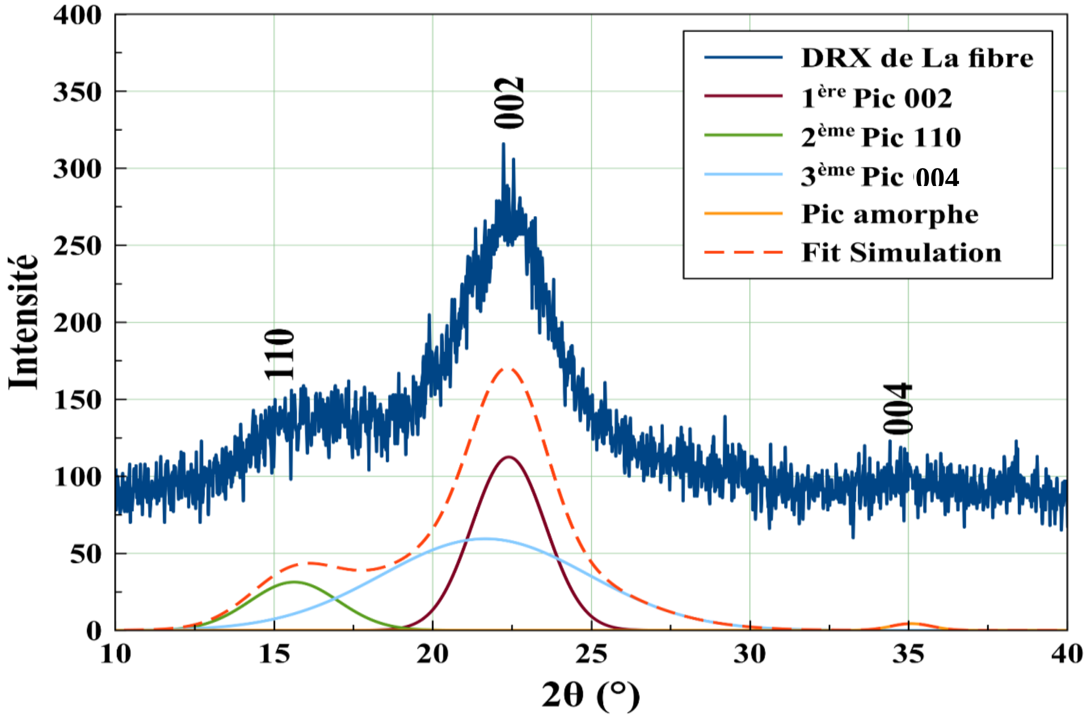


Figure III.6 : Spectre DRX de la Fibre de Mesh de Palmier Dattier (FMPD) brute.

L'indice de cristallinité (IC) et le pourcentage de cristallinité (% Cr) ont été calculés selon la méthode empirique de Segal *et al.* reporté par Boumediri [126] en utilisant les équations suivantes :

$$C.I = (I_{002}-I_{am})/I_{002} \times 100 \qquad \text{(III.1)}$$

$$Cr\,(\%) = (I_{002}/I_{002}+I_{am}) \times 100 \qquad \text{(III.2)}$$

Où I_{002} est la diffraction d'intensité maximale de la réflexion du réseau 002 de la forme cristallographique de la cellulose à 2θ = 22,2° et I_{am} l'intensité minimale du matériau amorphe à un angle d'environ 35° dans la vallée entre les pics.

La taille des cristallites (CS) pour les FMPDs a été calculée à l'aide de l'équation de Scherrer [3]:

$$CS=k\ \lambda\ /\ \beta_{002}\ \cos\theta \qquad \text{(III.3)}$$

Où CS est la taille des cristallites (nm), k est la constante de Scherrer (0,9), λ est la longueur d'onde du faisceau de rayons X (1,5405 A°), β la demi-largeur maximale de la diffraction du pic (en rad) et θ est l'angle de diffraction.

Le tableau III.2, représente les données DRX en termes de % de cristallinité, indice cristalline et la taille des cristallites pour les FMPDs brutes, identifiées à l'aide du logiciel MagicPlot-Pro 2.7.2, comparé aux autres fibres végétales, en ajustant une somme de pics amorphe à chaque courbe d'origine via une déconvolution gaussienne.

Tableau III.2 : DRX pour les FMPD brutes, comparé aux autres fibres végétales (% de cristallinité, indice cristalline et la taille des cristallites).

Types fibres	Peak position 2θ (°)	FWHM Bsize (°)	Area	Cristallinité (%)	Indice cristalline (%)	Taille cristallite (nm)	Références
FMPD	15,73	3,29	109,61	65,44	47,19	2,98	Présent travail
	21,91	2,73	327,45	/	/		
Jute	15,82	4,43	233,24	/	42,25	2,08	[4]
	23,56	3,09	469,73	50,6	58,14		
Rachis Palmier	15.79	1,74	278,23	65,71	47,82	5,78	[83]
	22.28	1,40	748,62	/	/		

III.3.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Dans cette recherche, trois configurations ont été établies par FTIR : (i) les spectres des FMPD brutes étudiées pout trois différents diamètres (D_1≈380 µm, D_2≈600 µm et D_3≈910 µm), représentés dans la figure III.7, (ii) les spectres des FMPD traitées avec l'hydroxyde de sodium (NaOH) en fixant le pourcentage de NaOH et ont variant le temps d'immersion

montrés sur la figure III.8 et (iii) les spectres des FMPD traitées avec différent pourcentage de NaOH avec un même temps d'immersion montrés sur la figure III.9.

Une large bande d'absorption dans la région de 3355 cm^{-1} est observée dans les spectres des trois différents diamètres précités, et qui peut être attribuée à l'étirement de l'hydrogène O-H (Figure III.7). Le pic assez étroit et peu intense dans la région de 1622 cm^{-1} correspond à la vibration du groupe C-H. La réduction de l'absorption abordée par le pic étroit et intense 1010 cm^{-1} correspond à l'étirement du groupe carbonyle (C=O) [98, 127]. Les résultats FTIR montre que la variation des diamètres des FMPD n'a pas d'influence significative sur leur structure chimique.

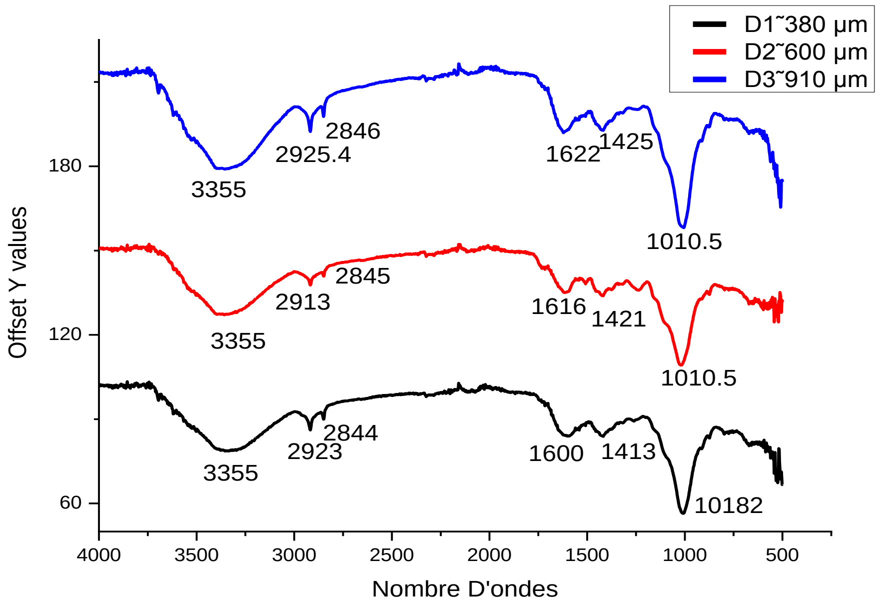


Figure III.7 : Spectres FTIR des FMPDs brutes avec trois différents diamètres (D_1, D_2 et D_3).

Afin d'évaluer l'influence du traitement par le NaOH sur la cristallinité de la fibre, les spectres FTIR des FMPDs traitées avec 0,5 % NaOH, avec variation du temps d'immersion (0,5 h, 1 h, 2 h) sont montrés dans la figure III.8. La large bande d'absorption dans la région de 3345,8 cm^{-1} a pu être examinée pour tous les spectres avec différence de l'énergie incidente, et qui est attribuée à la vibration d'étirement de la liaison hydrogène (O-H). La réduction de l'absorption abordée par le pic de vibration à 2919,6 cm^{-1}, correspondant à l'étirement du groupe aliphatique C-H, qui a été incluse dans presque toutes les fibres

naturelles. Cette région pourrait être attribuée à l'élimination de l'hémicellulose lors du traitement alcalin. Le pic à 1608,3 cm^{-1} serait dû à la présence de lignine. Le pic à 1029,8 cm^{-1} correspond à l'étirement du groupement carbonyle (C=O) correspond à l'élimination partielle de la lignine de la surface des fibres. Le pic autour de 804,17 cm^{-1} est attribué à la réduction de la liaison hydrogène dans les groupes hydroxyle de la cellulose par l'élimination du groupe carboxyle.

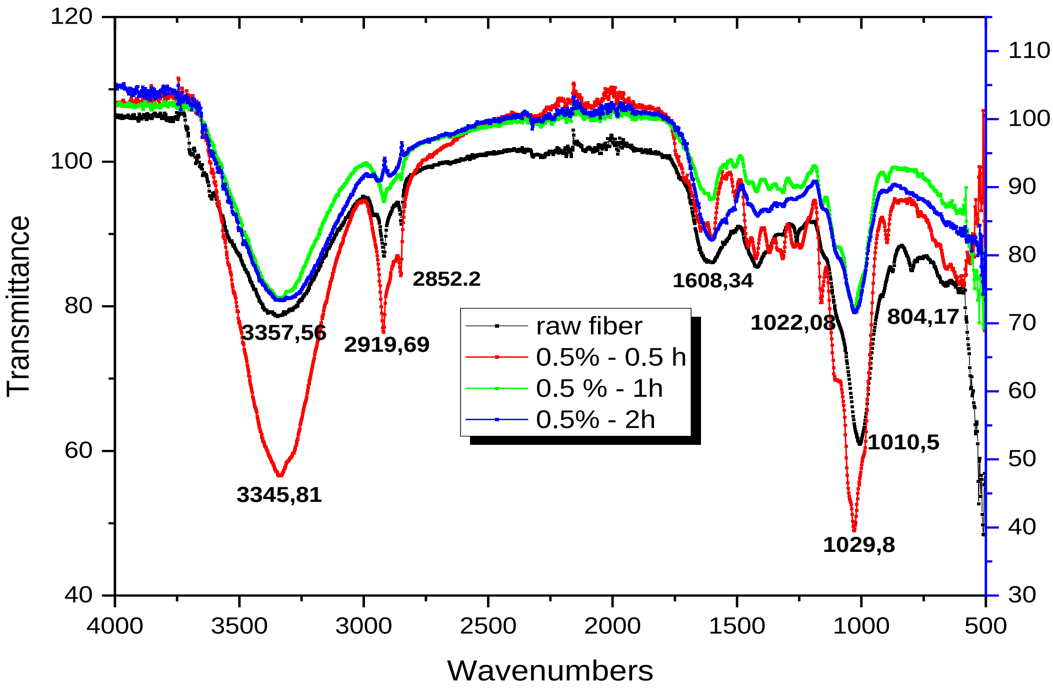


Figure III.8 : Spectres FTIR des fibres traitées à 0,5 % NaOH, avec variation du temps d'immersion (0,5h, 1h et 2h).

En revanche, les effets d'un traitement alcalin de différentes concentrations en NaOH (0,5, 1, 2, 3 et 5 %) sur les propriétés de surface des FMPDs après une heure de traitement ont été représentés dans la figure III.9. Tout d'abord, nous constatons que la transmission d'énergie incidente est la même par rapport à celle montrée dans la figure précédente (Figure III.8), il est apparu qu'après une série de traitement en NaOH, que la variation structurelle surfacique est la même pour toutes les concentrations, et qu'un traitement de 1% NaOH, donne l'intensité des spectres la plus faible.

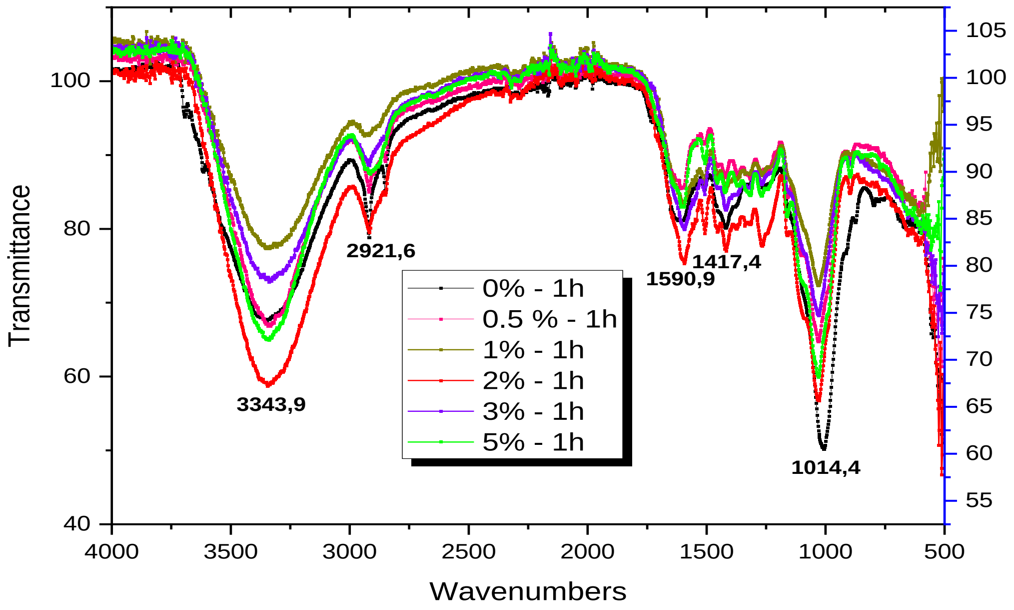


Figure III.9 : Spectres FTIR des fibres traitées pendant 1h de temps d'immersion, avec une variation de concentration de NaOH (0,5, 1, 2, 3 et 5%).

III.3.3 Analyse thermogravimétrique ATG

L'analyse thermogravimétrique (ATG) et thermogravimétrie dérivée (ATD) sont des techniques d'analyse thermique permettant de mesurer la perte de masse d'un matériau lorsqu'il est chauffé, c'est-à-dire démontrée la fiabilité des fibres à être stables à haute température et par conséquences, de caractériser sa température de décomposition ainsi que la dégradation des propriétés mécaniques.

L'analyse ATG et ATD des FMPDs brutes montre que leur dégradation s'effectue en quatre étapes (Figure III.10) :

- La première étape associée à une faible perte de masse de 10,31 %, correspond à la phase de déshydratation observée dans la plage de température 30 à 115 °C. Cette étape a été attribuée à l'évaporation de l'humidité adsorbée par les FMPDs, qui est lié au caractère hydrophile des matériaux ligno-cellulosiques [16]. Ensuite, la stabilité thermique des FMPDs peut être observée jusqu'à une température au voisinage de 220 °C. Cette caractéristique des fibres ligno-cellulosiques est importante pour que l'utilisation comme renfort dans les bio-composites soit sécurisée [3].

- Dans la deuxième étape, la dégradation des hémicelluloses a été enregistrée dans la plage de température 220-335 °C avec une perte de masse de 28,77 %.

- La troisième étape se caractérise par la plus grande perte de masse de 36,05 % qui s'est produite dans la plage de températures 335 °C à 395 °C et qui correspondant à la décomposition et la dégradation de la cellulose. Les tracés des courbes DTG ont montrées des courbes de dégradation distincte.

- Enfin, l'étape finale correspondant à la décomposition de la lignine, qui a été observée dans la plage de température plus de 395 à 600 °C avec une faible perte de masse de 10,5 %. De plus, des quantités de résidus carbonisés ont été quantifiées égale à 14,3 %.

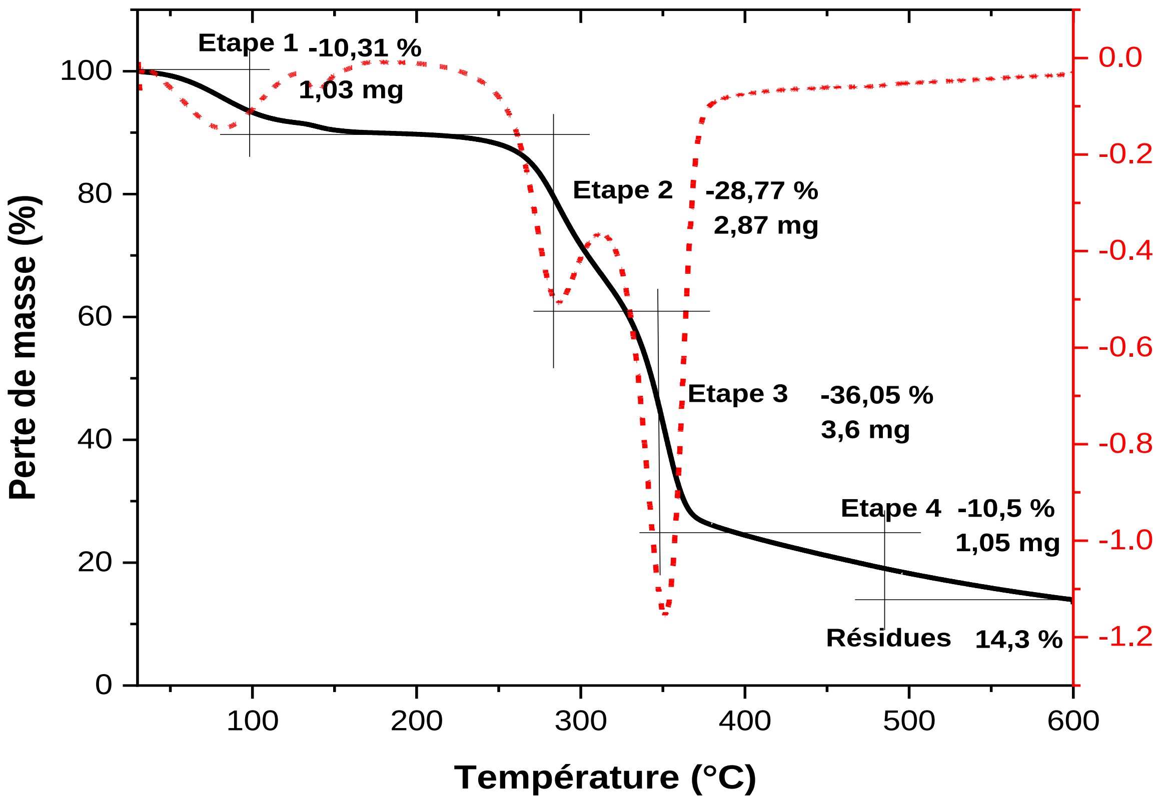


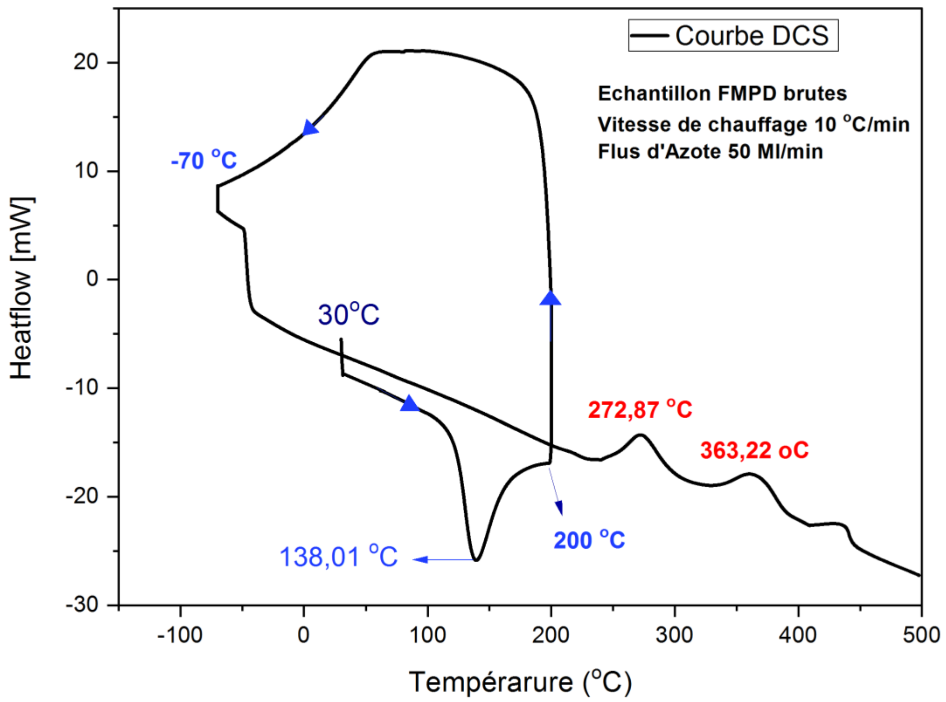
Figure III.10 : Diagrammes ATG et ATD des FMPD brutes.

III.3.4 Analyse thermique par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

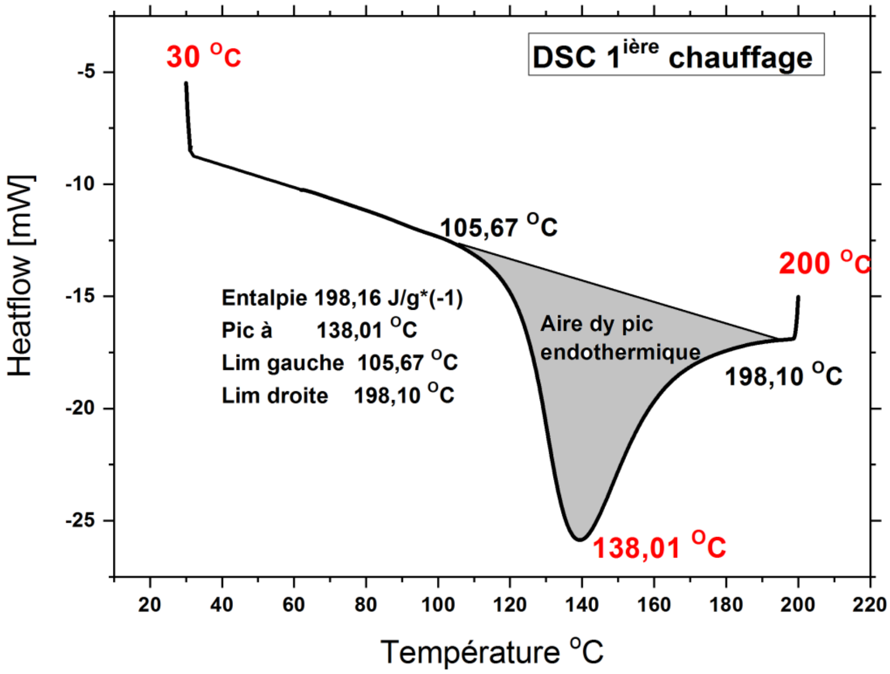
Une analyse DSC a été effectuée pour les FMPDs non traitées afin de déterminer leur comportement thermique dans l'intervalle de température de 30 °C à 500 °C sous un débit d'azote (N_2) de 50 ml/min. Cette analyse permet de mesurer les quantités d'énergie absorbées et ou libérées pendant le chauffage des échantillons FMPDs, présentant ainsi les processus endothermiques et exothermiques, ce qui permet d'identifier les transitions thermiques. La figure III.11.a, montre la courbe DSC obtenues pour les FMPDs ou un premier chauffage a été effectué entre 30 et 200 °C avec une vitesse de 10°C/min (Figure III.11.b), suivi par un refroidissement à 30 °C/min jusqu'à -70°C, Ensuite un deuxième chauffage (Figure III.11.c) est effectué jusqu'à 500 °C et enfin un refroidissement jusqu'à 30 °C. Les analyses des courbes DSCs peuvent être récapitulées dans les points suivants :

- Le premier chauffage, se caractérise par un processus endothermique qui commence à partir de 105,67 °C et se termine à 198,1 °C avec la formation d'un pic obtenu à température égale 138,01 °C, il correspond à l'évaporation de l'eau existante dans la structure de la fibre [16]. En utilisant le logiciel Origine-Pro 2021, l'enthalpie correspondante a été calculée en intégrant l'aire de la surface du pic, dont la valeur est égale à 198,16 J/g (Figure III.11.b).

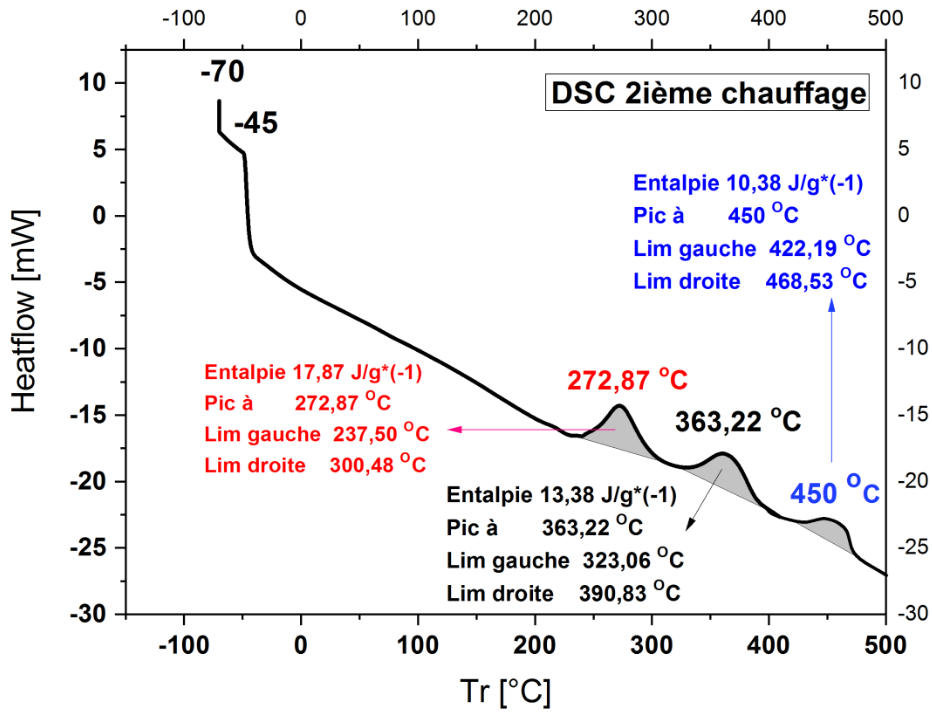
- Le deuxième chauffage effectué de -70 °C jusqu'à 500 °C permet l'identification de trois processus exothermique, le premier est formé entre 237,50 à 300,48 °C avec un pic à 272,87 et une enthalpie de 17,87 J/g, le deuxième est obtenue entre 323,06 et 390,83 °C avec un pic de 363,23 °C une enthalpie de 13,38 J/g et le troisième pic est obtenue entre 422,19 et 468,53 °C avec un pic de 450 °C avec une enthalpie correspondante de 10,38 J/g (Figure III.11.c). Les trois pics exothermiques correspondants respectivement à la dégradation de l'hémicellulose, la cellulose et la lignine présentent dans la fibre.


Courbe DCS
Echantillon FMPD brutes
Vitesse de chauffage 10 °C/min
Flus d'Azote 50 Ml/min
-70 °C
30°C
272,87 °C
363,22 oC
200 °C
138,01 °C
Heatflow [mW]
Tempérarure (°C)

-a-


DSC 1ière chauffage
30 °C
105,67 °C
200 °C
Entalpie 198,16 J/g*(-1)
Pic à 138,01 °C
Lim gauche 105,67 °C
Lim droite 198,10 °C
Aire dy pic endothermique
198,10 °C
138,01 °C
Heatflow [mW]
Température °C

-b-



-c-

Figure III.11 : Courbes DSC des FMPDs brutes:

a)courbe globale, b) courbe du 1^{ière} chauffage et c) courbe du 2ième chauffage.

III.4 Analyse du comportement mécanique en traction des FMPDs

Dans cette recherche, l'accent est mis sur l'étude de la performance mécanique des fibres de Mesh du Palmier Dattier (FMPD) seul, ou incorporées dans une matrice inorganique (mortier) afin de concevoir des bio-composites de bonnes qualités, pour ce faire, trois réponses essentielles à savoir les contraintes, les déformations et le module de Young sont déterminés. Les FMPDs brutes, sont mis en traction directement après leurs extractions, cinq longueurs entre mors (GL) ont été choisies (10, 20, 30, 40 et 50 mm) afin de favoriser la longueur la plus optimale qui nous donne les propriétés mécanique à la traction les plus élevées.

Les FMPDs traitées chimiquement, sont aussi mis en traction après un programme de traitement chimique établi par le plan d'expérience d'après la méthode Taguchi, en combinant deux paramètres ayant pour chacun cinq niveaux à savoir (Tableau III.3) : le pourcentage (%)

de l'alcalin (NaOH) utilisé pour le traitement chimique ainsi que le temps d'immersion (h) des fibres dans la solution chimique, conduisant à un plan d'expérience L25 (25 séries).

Tableau III.3: Facteurs et niveaux utilisés pour la conception d'un plan d'expérience Taguchi L25 pour l'essai de traction des FMPD.

Facteurs	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4	Niveau 5
NaOH (%)	0,5	1	2	3	5
Temps d'immersion (h)	0,5	1	2	4	8

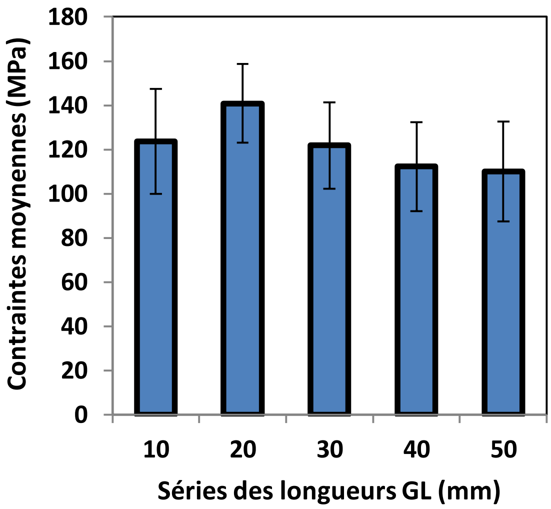
Les FMPD testées en traction sont regroupées en 30 séries (5 séries pour les fibres brutes et 25 séries pour les fibres traitées), de vingt-cinq échantillons des fibres chacune, donc un total de sept cent cinquante (750) fibres ont été testées et analysées dans ce travail (125 fibres brutes et 625 fibres traitées).

Les résultats expérimentaux moyens des réponses (contrainte max, déformation ultime et du module de Young) obtenue des différents essais de traction effectué sur les FMPDs brutes sont présentés respectivement dans les tableaux III.4.

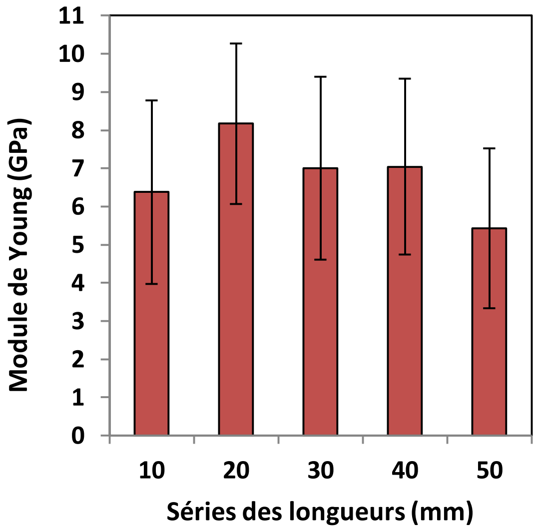
Tableau III.4 : Réponses mécanique obtenues lors de l'essai de traction pour les FMPD brutes.

Test	Longueurs des fibres (mm)	Caractéristiques mécaniques moyenne		
		Déformation (%)	**Contrainte (MPa)**	**Module de Young (GPa)**
1	10	9,63 ± 2,39	123,63 ± 23,68	6,37 ± 2,407
2	**20**	**6,93 ± 2,67**	**140,81 ± 17,79**	**8,17 ± 2,67**
3	30	5,20 ± 2,25	121,80 ± 19,52	7,00 ± 2,54
4	40	4,14 ± 2,16	112,23 ± 20,21	7,04 ± 3,14
5	50	3,64 ± 2,02	109,99 ± 22,51	5,43 ± 2,91

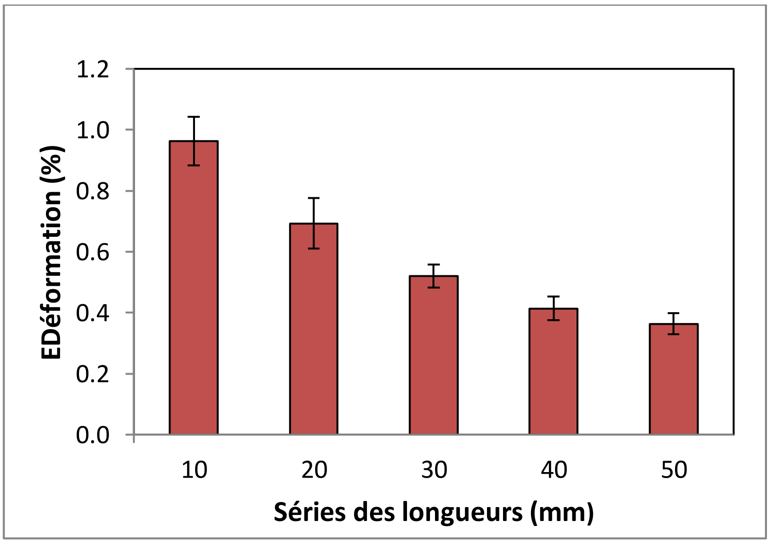
D'après ce tableau, comparé avec la figure III.12, la longueur entre mors (GL) la plus optimale qui donne les propriétés mécaniques en traction les plus élevées des FMPD brutes est obtenue avec L = 20 mm. Pour ce faire, les fibres traitées chimiquement suivant le plan d'expérience Taguchi L25 sont mis en traction avec cette longueur (GL = 20 mm). Les propriétés mécaniques, à savoir les contraintes, déformations à la rupture et les modules de Young qui résultent des essais de traction des FMPD traitées comparées avec celles non traitées sont regroupées dans le tableau III.5.



-a-



-b-



-c-

Figure III.12 : Histogramme des réponses mécaniques des FMPD brute en fonction de GL: a) contraintes à la traction, b) module de Young à la traction et c) déformation

Les courbes de réponses contrainte/déformation des tests de traction, effectués avec un GL de 20 mm, des FMPD non traité se caractérisent initialement par une petite zone élastique suivie par une autre non-linéarité, réservée principalement à l'effet de l'angle micro-fibulaire, jusqu'à l'atteinte d'une valeur maximale ou une rupture brutale des éprouvettes est obtenue (Figure III.13). Ces résultats ayant la même allure, mais présente de très grande dispersion dans leurs propriétés mécaniques, d'où la nécessité de faire des études statistiques. Le modèle statistique le plus largement utilisé est celui de Weibull avec deux ou trois paramètres, d'autres fonctions telle la loi : normale, Log-normale, Log-normale à trois paramètres, ...etc., sont aussi utilisées pour estimer les caractéristiques mécaniques moyennes.

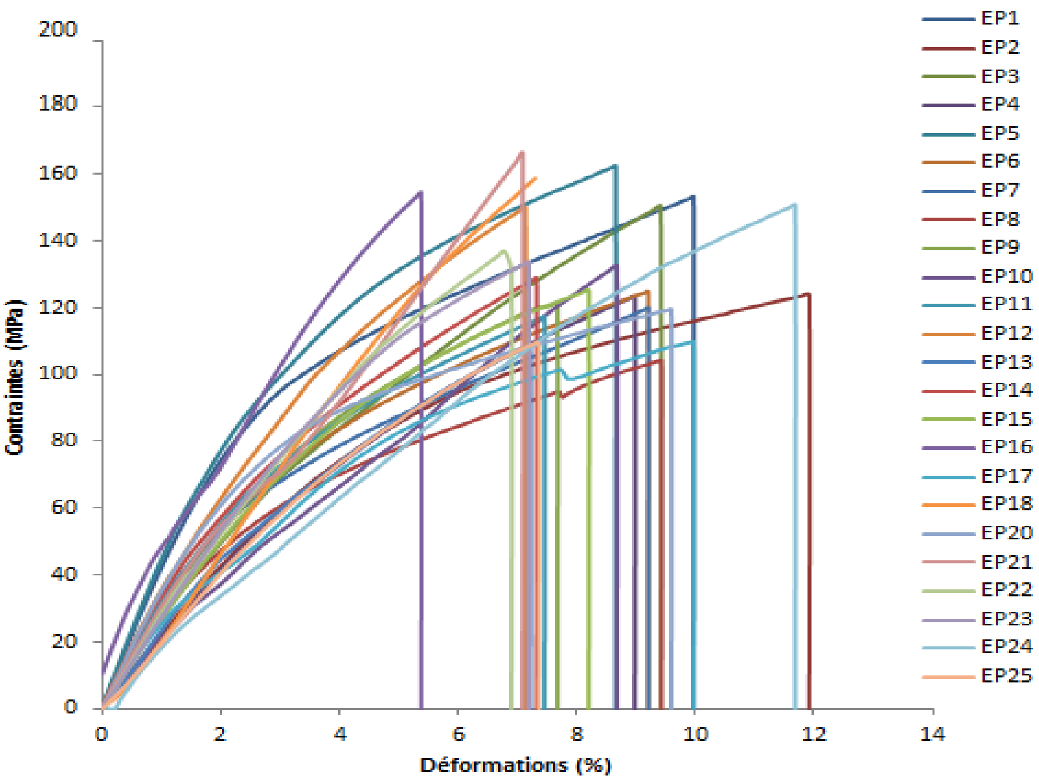


Figure III.13: Courbes contrainte/déformation des essais de traction des FMPD brutes effectué à GL= 20 mm.

La figure III.14 illustre une courbe de réponse type permettant la représentation des caractéristiques mécaniques moyennes de 141,50 MPa, 8,98 %, et 8,89 GPa respectivement pour la contrainte, déformation et module de Young (Figure III.13) d'une fibre de mesh de

palmier dattier (FMPD) testée en traction avec GL 20mm. Cette courbe et en bonne concordance avec les résultats obtenus par Maach [3], Amroune [12] et Boumediri *et al.* [15].

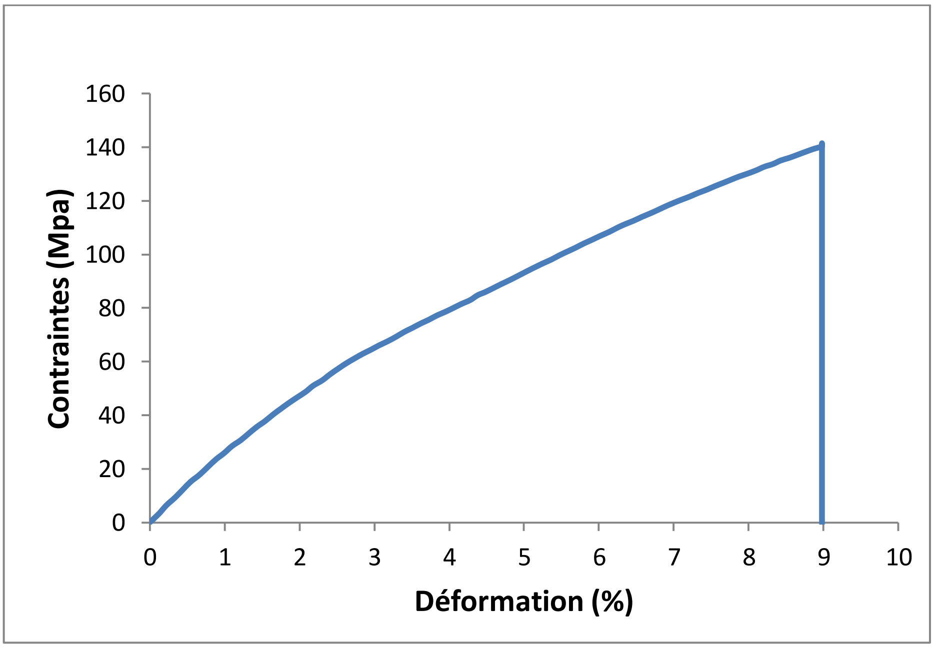


Figure III.14 : Courbe typique moyenne d'une fibre mesh de palmier dattier (FMPD) non traitée à GL 20.

L'analyse du tableau III.5, qui représente les propriétés mécaniques en traction des FMPD traitées avec Taguchi L25 à GL = 20 mm, nous permet de constater bien qu'une dispersion des valeurs de réponses mécaniques testées soit obtenues. Cette dispersion peut être liée à trois facteurs principaux d'après Amroune [12] et Elsayed et Elbadry [94] à savoir :(i) les paramètres d'essais, inclus la précision de l'instrumentation, la longueur de mesure, la vitesse de la traverse et le type de mors de la machine; (ii) les caractéristiques de la fibre compromis la source végétale, l'âge, les procédures d'extraction de la fibre, la présence des défauts et aussi bien la microstructure et (iii) les mesures de la section impliquées par le mode de détermination de la section.

Tableau III.5: Caractéristiques mécanique obtenues lors de l'essai de traction des FMPD traitées avec Taguchi L25, à GL=20 mm.

Test	**NaOH (%)**	**Temps d'immersion (h)**	**Caractéristiques mécaniques (GL=20 mm)**		
			Déformation (%)	**Contrainte (MPa)**	**Module de Young (GPa)**
brute	**0**	**0**	**6,93** ± **2,67**	**140,81**±**17,79**	**8,17** ± **2,67**
1	0,5	0,5	7,81 ± 2,39	129,86±23,68	7,85 ±2,40
2	0,5	1,0	8,04 ± 2,32	134,67±20,46	8,15 ±1,91
3	0,5	2,0	8,33 ±2,06	129,75±18,59	7,05 ±2,01
4	0,5	4,0	6,88 ± 2,98	94,27 ±16,56	5,87 ± 2,52
5	0,5	8,0	9,12 ± 1,56	94,80 ±17,88	5,71 ±1,88
6	1,0	0,5	9,14 ± 2,66	119,59±17,91	6,26 ±1,98
7	1,0	1,0	10,08 ± 3,09	133,24±19,02	6,66 ±2,65
8	1,0	2,0	10,28 ± 3,52	131,94±20,11	8,21 ± 3,05
9	1,0	4,0	11,54 ± 4,16	100,19±17,59	7,33 ±2,82
10	1,0	8,0	10,64 ± 3,98	94,07±16,62	7,44 ± 2,01
11	2,0	0,5	12,84 ± 3,26	120,08±18,36	6,45 ± 2,32
12	2,0	1,0	11,04 ± 4,07	123,37±17,18	6,15 ± 2,41
13	2,0	2,0	12,79 ±4,32	125,79±19,77	8,72± 3,33
14	2,0	4,0	11,58 ±3,11	98,34±17,23	6,88 ± 3,08
15	2,0	8,0	10,77 ± 2,98	104,45±18,88	7,45 ± 3,45
16	3;0	0,5	12,21 ± 3,81	137,13±17,69	6,52 ± 2,44
17	3,0	1,0	14,21 ± 4,16	140,23±19,09	9,33 ± 3,85
18	3,0	2,0	13,00 ± 4,02	142,77±18,22	9,90 ± 3,62
19	3,0	4,0	11,27 ± 3,10	88,95±16,78	5,55 ± 1,69
20	3,0	8,0	13;74 ± 3,18	132,80±17,13	8,15 ± 2,92
21	5,0	0,5	15,59 ± 4,87	140,36±20,09	9,01 ±3,09
22	5,0	1,0	14,27 ± 3,85	140,68±19,44	8,92 ± 3,15
23	**5,0**	**2,0**	**13,82** ±2,99	**169,73**±20,41	**10,28** ±4,05
24	5,0	4,0	14,75 ±3,69	133,29±17,69	8,14 ±3,21
25	5,0	8,0	14,45 ±4,07	110,70±16,60	7,85 ± 2,74

Dans ce Tableau (III.5), la visibilité de l'effet du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des FMPD pour toutes les éprouvettes traitées est bien claire, il permet soit une

augmentation des propriétés mécaniques soit une diminution. Cette variation dépend fortement de la concentration de l'élément alcalin utilisé (NaOH) et de la durée de l'immersion dans la solution. Les caractéristiques mécaniques moyennes des FMPD brutes à savoir la contrainte à la rupture, déformation et le module de Young enlevées lors de l'essai de traction, sont respectivement de l'ordre de 140,81 MPa, 6,93 % et 8,71 GPa. En revanche, les fibres traitées chimiquement qui révèlent les meilleures augmentations dans les caractéristiques mécaniques sont obtenues pour les fibres traitées avec 5 % NaOH pendant 2h, soit des valeurs moyennes de l'ordre de 169,73 MPa, 13,82 % et 10,28 GPa respectivement pour la contrainte à la rupture, déformation et le module de Young, qui présente des augmentations respectives enregistrées de 20,5 %, 93,0 % et 18,0 %.

L'ensemble des courbes contraintes/déformations des vingt-cinq tests effectués en traction des FMPD traitées avec une GL=20 mm sont représentées dans la figure III.15. Une évolution non-linéaire des contraintes en fonction des déformations soit observée, présentant éventuellement un certain adoucissement dans le comportement mécanique, révèle ainsi une quasi-ductilité ou la rupture brutale est toujours obtenue.

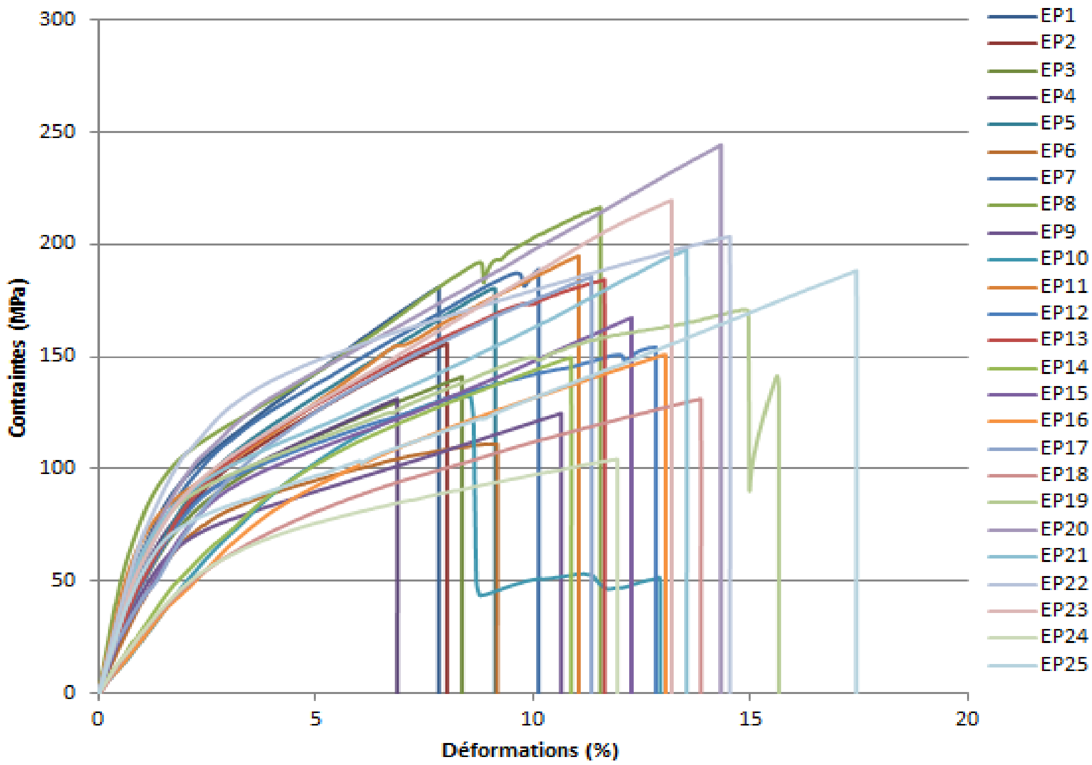


Figure III.15: Allure des courbes contrainte/déformation des essais des tractions des FMPD traitées de 5% NaOH à 2h pour GL 20 mm.

La figure III.16 montre l'aspect typique de la courbe moyenne contrainte/déformation d'une fibre de mesh de palmier dattier (FMPD) traitée pour 5% NaOH pendant 2h avec GL égale à 20 mm testée en traction. Cette allure présente un comportement non-linéaire, avec l'apparition d'une zone élasto-plastique, avec une rupture brutale de la fibre lorsque la charge atteint la valeur maximale [3].

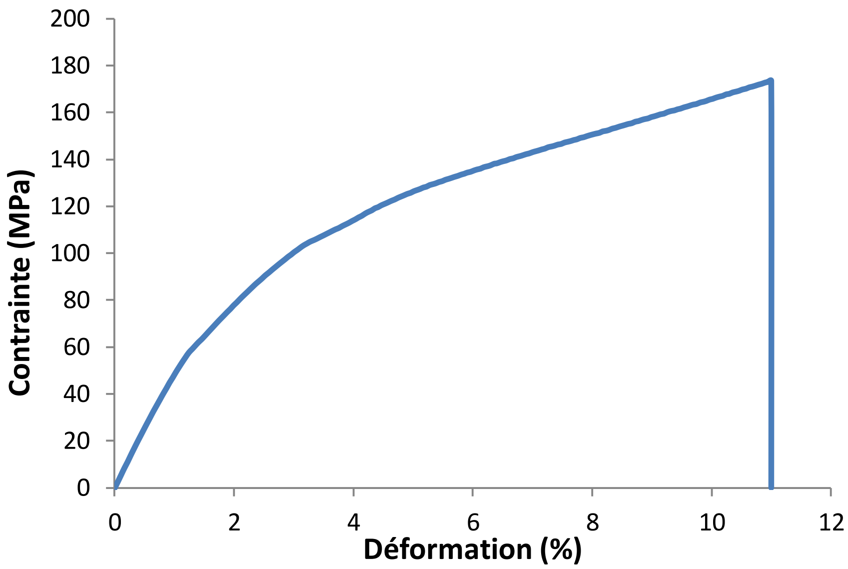


Figure III.16: Courbe typique moyenne d'une fibre mesh de palmier dattier traitée pour 5% NaOH à 2h avec GL=20 mm.

La comparaison entre les comportements mécaniques moyens des FMPD brutes et traitées pour 5% NaOH pendant 2h avec GL=20 mm, testée en traction est mentionnée dans la figure III.17. Cette comparaison révèle que le traitement chimique alcalin a donné aux FMPD une ductilité assez remarquable presque la moitié (augmentation de 93,0 %) ou le comportement devient quasi-élasto-plastique.

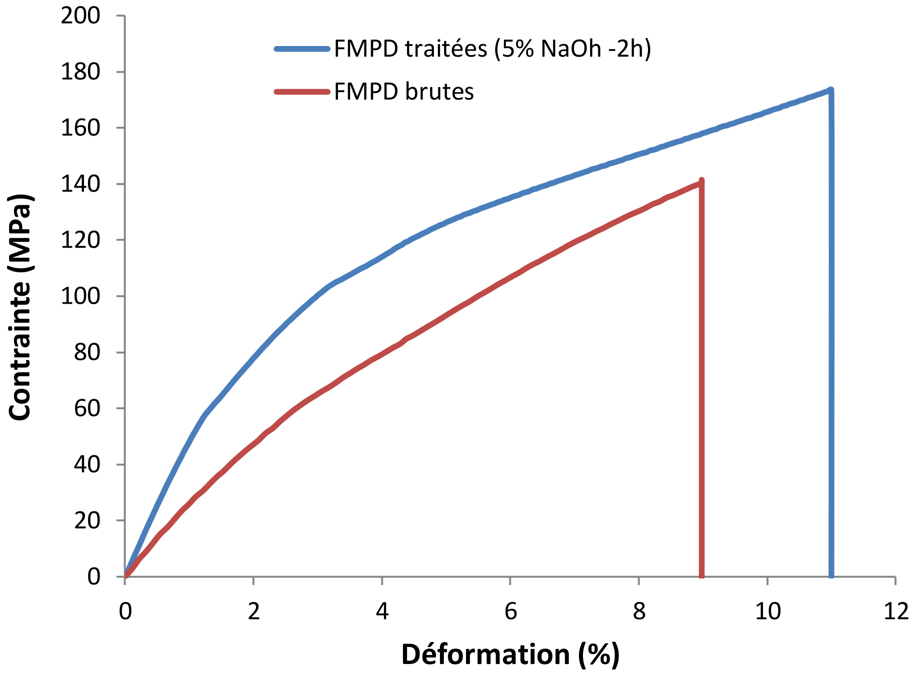
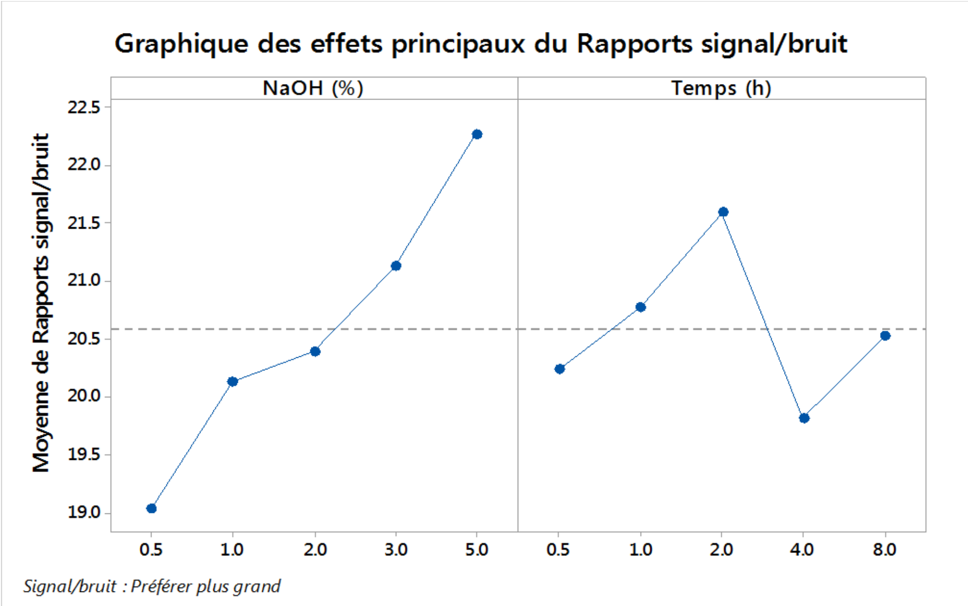


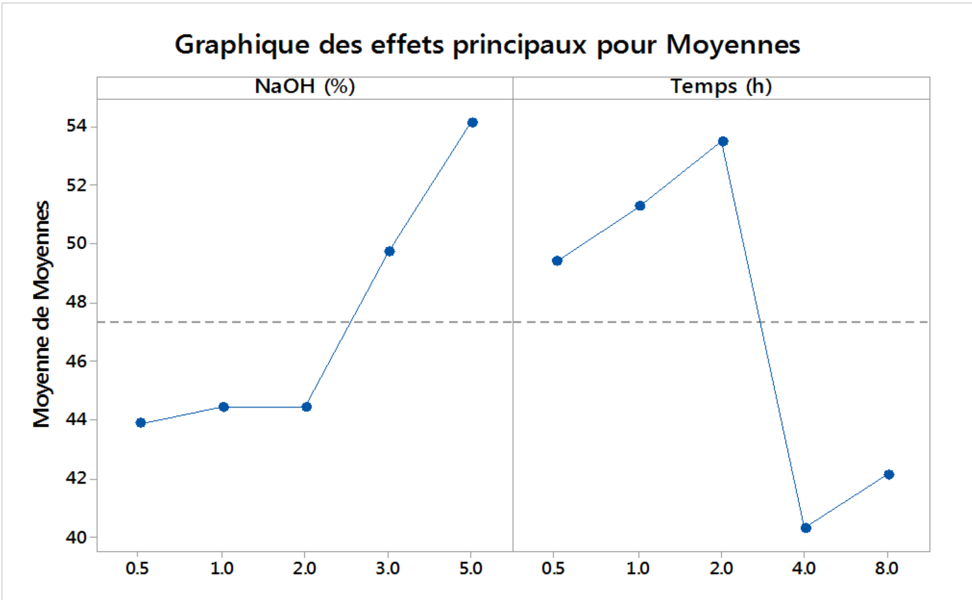
Figure III.17: Courbes typiques comparatives des FMPD brute et traitée (GL =20 mm).

III.5 Analyse des caractéristiques mécaniques des FMPD traitées par la méthode de Taguchi

En vue de donner un aperçue générale sur l'analyse des caractéristiques mécaniques des FMPD traitées par la méthode de Taguchi, les graphiques des effets principaux moyennes comparées avec le rapport signal/bruit, des deux facteurs d'essai de traction expérimentales à savoir la concentration alcalin et le temps d'immersion, sont représentées respectivement dans les figures III.18.a et III.18.b. Il a été reporté que les valeurs des propriétés mécaniques les plus élevées en traction sont ceux des FMPD traités avec 5% NaOH pendant un temps d'immersion de 2 h. Les différentes concentrations en NaOH que subies les FMPDs, affecte de manière significatif leurs propriétés mécaniques ou elles sont en augmentations graduelles jusqu'à la valeur maximale du NaOH (5%). En revanche, l'influence du facteur de temps d'immersion sur les propriétés mécaniques des FMPD été variable, ou le maximum des valeurs sont données au 2h.



-a-



-b-

Figure III.18: Graphiques des effets principaux: a) moyennes b) rapport signal/bruit.

III.5.1 Analyse de variance ANOVA

L'analyse de variance ANOVA effectuée par Minitabe.17, nous permet de donnés des informations sur la signification relative attribuée à chaque paramètre de l'essai de traction, et ceux sur les propriétés mécaniques des FMPD traitées. La contribution de chaque paramètre de l'essai en termes de % de NaOH et temps d'immersion en heure a été déterminée dans les

tableaux III.6, III.7 et III.8 respectivement pour les réponses de contraintes (MPa), déformations (%) et module de Young (GPa).

Dans ce contexte, vu l'indice d'évaluation de la fiabilité F-value et le paramètre probabiliste P-value mesurées et comparées avec les données expérimentales établie, l'hypothèse postule que, si le paramètre P-value est inférieur à 0,05, les réponses extraites des essais mécaniques de traction, peuvent être considérées comme significatives. Pour ce faire, le paramètre indépendant concentration du NaOH (%), est considéré comme significatif pour les trois réponses précitées, alors que le paramètre temps d'immersion analysé est considéré significatif seul pour la déformation, et non- Significatif pour la contrainte ainsi que le module de Young.

Tableau III.6: Analyse de variance pour la contrainte de traction.

Source	DL	ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p	Remarques
Régression	2	112,057	56,028	42,78	0,000	Significatif
NaOH (%)	1	111,997	111,997	85,52	<0,001	Significatif
Temps (h)	1	0,059	0,059	0,05	0,833	Non- Significatif
Erreur	22	28,813	1,310	-	-	-
Totale	24	140,870		-	-	-

Tableau III.7: Analyse de variance pour la déformation ultime de traction.

Source	DL	ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p	Remarques
Régression	2	5109	2554,7	12,60	0,000	Significatif
NaOH (%)	1	1923	1922,7	9,49	0,005	Significatif
Temps (h)	1	3187	3186,6	15,72	0,001	Significatif
Erreur	22	4459	202,7	-	-	-
Totale	24	9569		-	-	-

Tableau III.8: Analyses de variance pour le module de Young

Source	DL	ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p	Remarques
Régression	2	12,820	6,410	5,04	0,016	Significatif
NaOH (%)	1	11,608	11,608	9,12	0,006	Significatif
Temps (h)	1	1,213	1,213	0,95	0,340	Non-Significatif
Erreur	22	28,003	1,273	-	-	-
Totale	24	40,823		-	-	-

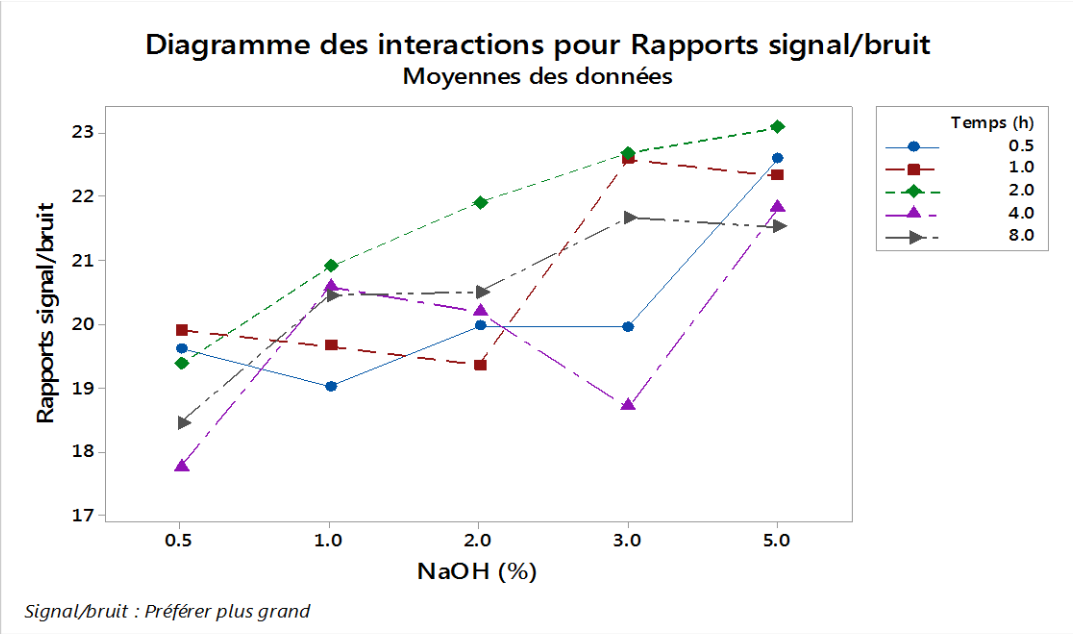
En utilisant le logiciel Design-Expert, les équations de régressions pour chaque réponse sont les suivantes:

Contrainte (MPa) = 123,07 + 5,48 NaOH (%) – 4,14 Temps (h)

Déformation (%) = 8,430 + 1,323 NaOH (%) + 0,0179 Temps (h)

Module de Young (GPa) = 6,864 + 0,426 NaOH (%) – 0,0807 Temps (h)

La figure III.19, montre les effets d'interactions entre les deux paramètres de traitements des FMPD pour l'essai de traction expérimentale. L'ensemble des diagrammes des interactions que ce soit pour le Rapport Signal/Bruit (Figure III.19.a) ou pour les moyennes (Figure III.19.b) affirment qu'avec le temps d'immersion 2h, les propriétés mécaniques sont en augmentation progressive au fur et à mesure que la concentration en NaOH augmente, et elles atteintes leurs valeurs maximales pour NaOH égale 5%. Alors que l'influence des deux paramètres de traitements (NaOH et temps d'immersion) pour le reste des combinaisons, montre des faibles augmentations ou des diminutions des propriétés mécaniques en traction des FMPDs.



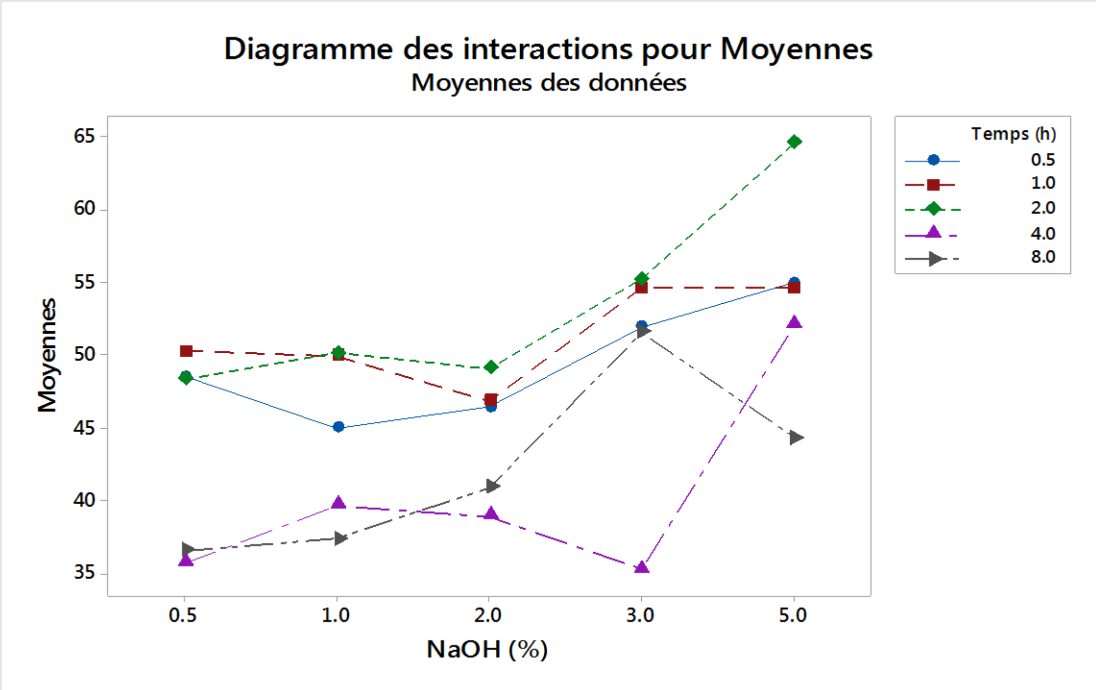


Figure III. 19 : Diagrammes des effets d'interactions pour :

a) Rapport Bruit/Signal et b) Moyenne des moyennes.

III.6 Lois de distribution probabiliste des propriétés mécaniques de FMPD par la méthode de Taguchi

III.6.1 Introduction

Les résultats expérimentaux des tests de traction des fibres de mesh de palmier dattier (FMPD) énumérés dans la Section III.4, sont pratiquement difficiles à analyser, en raison de la dispersion des valeurs. Cette variabilité s’explique par la grande dépendance de ces propriétés aux conditions culturales, environnementales et aux techniques d’essais sur les fibres, qui peut se traduire par une mauvaise évaluation de ces propriétés. Plus particulièrement, Thuault *et al.* [128, 129] a montré qu’un écart-type de 28 % dans la mesure sur la section des fibres, peut engendrer une incertitude sur la mesure des contraintes à rupture de 56 %. Les faisceaux de courbes de traction de FMPD tracés précédemment dans les Figures III-13 et III-15 confirment cette variabilité, cette dispersion nécessite donc une analyse statistique pour pouvoir évaluer leurs propriétés mécaniques moyennes, l’analyse statistique des données expérimentales issues des tests de traction statique des FMPD présentée dans ce travail a été traitée par la méthode statistique de Taguchi, en se servant du logiciel Minitab 17.

Etant donné que la technique de Taguchi est une méthode de conception statistique qui se concentre sur la détermination des réglages de paramètres produisant le meilleur niveau de performances avec un minimum de variation. Par conséquent, la conception expérimentale de Taguchi peut réduire la durée et le coût du cycle expérimental et déterminer les facteurs significatifs affectant les caractéristiques de qualité.

III.6.2 Lois de distributions des propriétés mécaniques des FMPD brutes

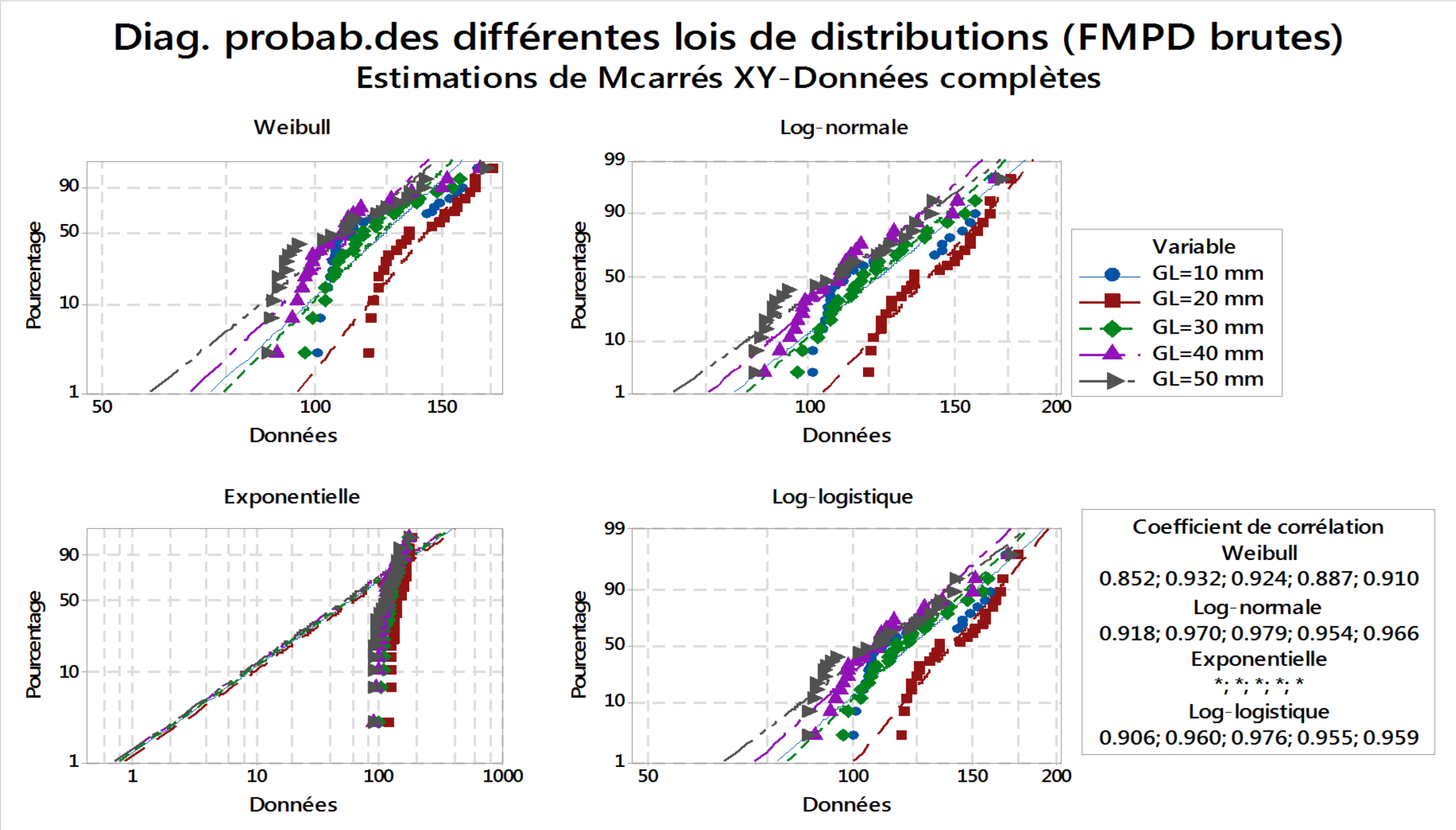
III.6.2.1 Contraintes de traction

L’optimisation statistique des propriétés mécaniques expérimentales, issues des tests de traction des FMPD a été étudiée dans la présente thèse par la méthode de Taguchi en employant plusieurs fonctions de distributions. Le modèle statistique le plus largement utilisé est celui de la distribution de Weibull (avec deux ou trois paramètres), avec un intervalle de confiance égale à 95% afin de quantifier le degré de variabilité des propriétés mécaniques des FMPD. D’autres fonctions telle la fonction : normale, Log-normale, Log-normale à trois

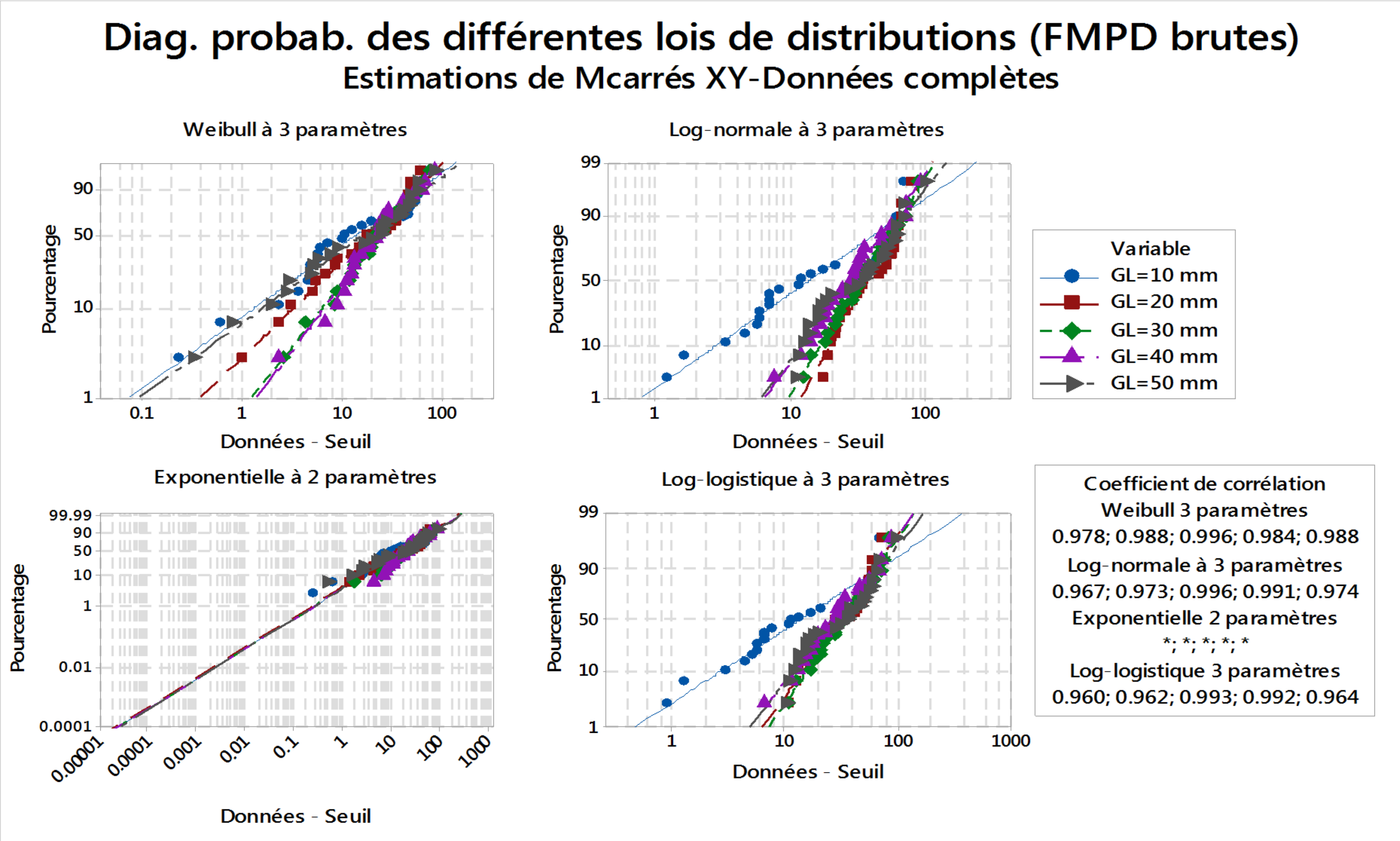
paramètres, ...etc. sont jointes pour la comparaison, l'évaluation et l'ajustement des propriétés mécaniques des FMPD.

Pour le choix des lois (fonctions) de distributions les plus convenables pour notre étude, si les valeurs de facteur de corrélation R^2 (appelé aussi le paramètre d'ajustement, qui est un indicateur de la variation de la fonction de distributions, montre combien les points du graphique du modèle soit bien ajustés à son axe) sont très voisines du 1, leur fonction de distribution soit favorisée, dont les points des variables expérimentaux sont situées sur la ligne centrale de la distribution.

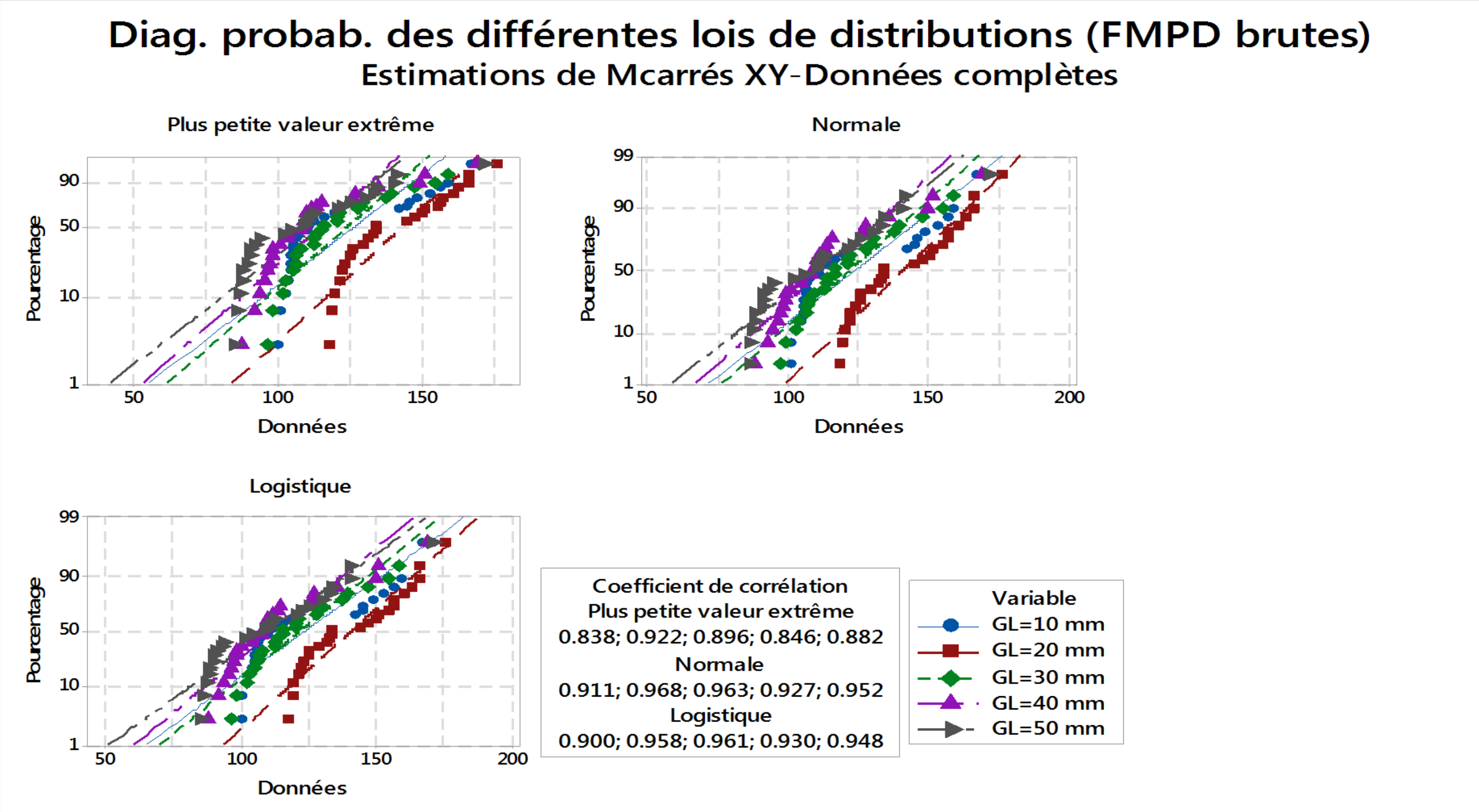
En utilisant les données des résultats expérimentales des FMPDs brutes sollicités en traction et représentés dans le tableau III.4, la figure III.20 (a, b et c) reporte les différentes lois de distributions statistiques existent dans l'analyse de l'optimisation statistique des propriétés mécaniques expérimentales, et ceux obtenues pour les contraintes mécaniques ultimes.


Diag. probab.des différentes lois de distributions (FMPD brutes)
Estimations de Mcarrés XY-Données complètes
Weibull
Pourcentage
90
50
10
1
50
100
150
Données
Log-normale
Pourcentage
99
90
50
10
1
100
150
200
Données
Variable
GL=10 mm
GL=20 mm
GL=30 mm
GL=40 mm
GL=50 mm
Exponentielle
Pourcentage
90
50
10
1
1
10
100
1000
Données
Log-logistique
Pourcentage
99
90
50
10
1
50
100
150
200
Données
Coefficient de corrélation
Weibull
0.852; 0.932; 0.924; 0.887; 0.910
Log-normale
0.918; 0.970; 0.979; 0.954; 0.966
Exponentielle
*; *; *; *; *
Log-logistique
0.906; 0.960; 0.976; 0.955; 0.959

-a-


Diag. probab. des différentes lois de distributions (FMPD brutes)
Estimations de Mcarrés XY-Données complètes
Weibull à 3 paramètres
Log-normale à 3 paramètres
Exponentielle à 2 paramètres
Log-logistique à 3 paramètres
Pourcentage
Données - Seuil
Variable
GL=10 mm
GL=20 mm
GL=30 mm
GL=40 mm
GL=50 mm
Coefficient de corrélation
Weibull 3 paramètres
0.978; 0.988; 0.996; 0.984; 0.988
Log-normale à 3 paramètres
0.967; 0.973; 0.996; 0.991; 0.974
Exponentielle 2 paramètres
*; *; *; *; *
Log-logistique 3 paramètres
0.960; 0.962; 0.993; 0.992; 0.964

-b-



-c-

Figure III.20: Chois de différentes lois de distributions en fonction de leurs R^2 pour les FMPD Brutes.

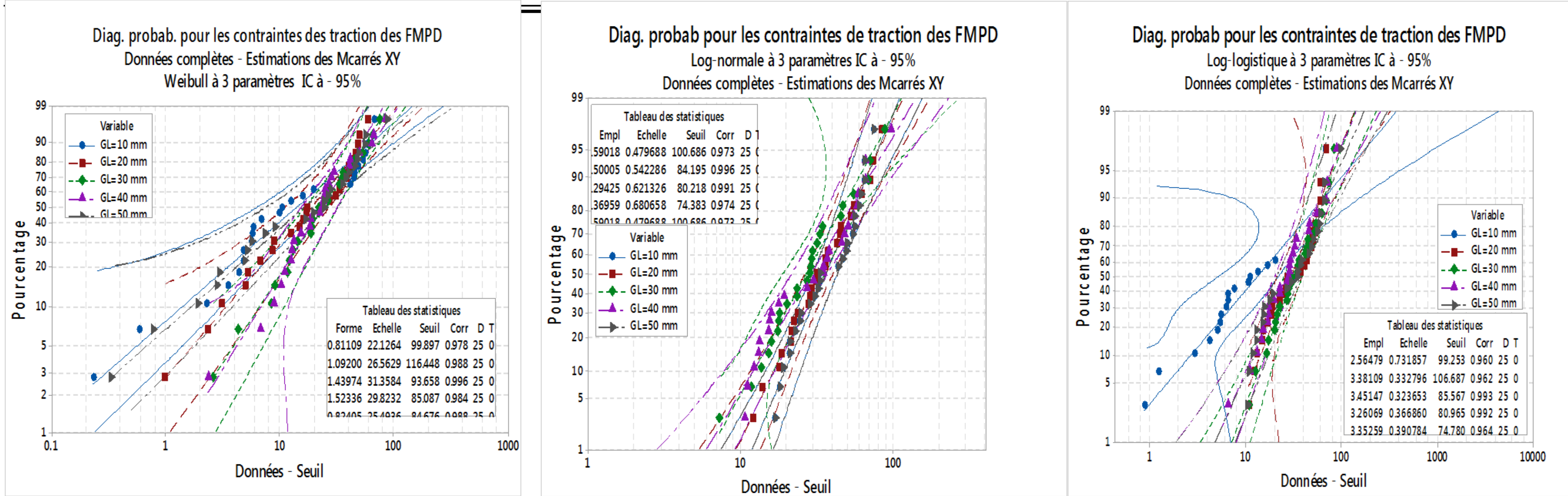
D'après les configurations des fonctions de distributions attribuées à la figure III.20 (a, b, et c), les fonctions de: Weibull à trois paramètres, normale, Log- normale, Log- normale à trois paramètres, et Log-logistique à trois paramètres sont choisies à cause de leur R^2 le plus élevé, qui respectivement égale à 98,8 %, 96,8%, 97,0%, 97,3% et 96,2%, pour être analysées une par une afin de quantifier le degré de variabilité des propriétés mécaniques des FMPD.

Le tableau III.9 récapitule les résultats expérimentaux, avec une série des longueurs entre mors égalent à 10, 20, 30, 40 et 50 mm, et ceux estimés par les différentes méthodes de distributions statistiques choisies en fonction des valeurs du paramètre d'ajustement (écart type) les plus élevées en vue d'obtenir les contraintes de traction des FMPD brutes les plus optimums.

Tableau III.9 : Récapitulatif des lois de distribution statistiques des données expérimentales pour les contraintes de traction des FMPD brutes avec différents longueurs entre mors (GL).

Type	**Lois de distribution**	**Résultat**	**Distance entre mors**				
			10 mm	**20 mm**	**30 mm**	**40 mm**	**50 mm**
	Résultats expérimentaux	Contrainte σ (MPa)	**123,63** ±23,68	**140,81** **±17,79**	**121,80** ±19,52	**112,23** ±20,21	**109,99** 22,51±
Distribution des contraintes de traction dans les FMPD	Weibull à trois paramètres	σ Moyen (MPa) Ecart type	**124,72 ± 30,83**	**142,14 ± 23,55**	**122,12 ± 20,07**	**111,96 ± 17,98**	**112,97 ± 34,55**
		R² (%)	**97,8**	**98,8**	**99,6**	**98,4**	**98,8**
	Normale	σ Moyen (MPa) Ecart type	123,63 ± 22,60	140,81 ± 18,04	121,80 ± 19,69	112,23 ± 19,62	109,99 ± 22,45
		R² (%)	91,1	96,8	96,3	92,7	95,2
	Log-normale	σ Moyen (MPa) Ecart type	123,26 ± 20,47	141,66 ± 23,53	122,04 ± 20,27	112,19 ± 18,63	109,41 ± 18,17
		R² (%)	91,8	97,0	97 ;9	95,4	96,6
	Log- normale à trois paramètres	σ Moyen (MPa) Ecart type	141,34 ± 20,68	122,55 ± 22,43	112,91 ± 22,44	111,02 ± 28,12	141,34 ±20,68
		R² (%)	97,3	99,6	99,1	97,4	97,3
	Log-logistique à trois paramètres	σ Moyen (MPa) Ecart type	139,30 *	142,21 ± 28,65	123,28 ± 28,96	113,84 ± 32,07	112,03 ± 42,15
		R² (%)	96,0	96,2	99,3	99,2	96,4

La lecture de ce tableau, montre que les résultats statistiques dérivés de l'analyse des lois de distributions des contraintes de traction des FMPD brutes, en fonction des valeurs de l'écart type, sont les meilleurs pour la distribution de Weibull à trois paramètres avec des valeurs des coefficients de corrélation R^2 les plus élevées égale à 97,8 %. La figure III.21 représente la comparaison des fonctions de distributions choisis, attribuées aux contraintes de tractions pour les FMPD brutes



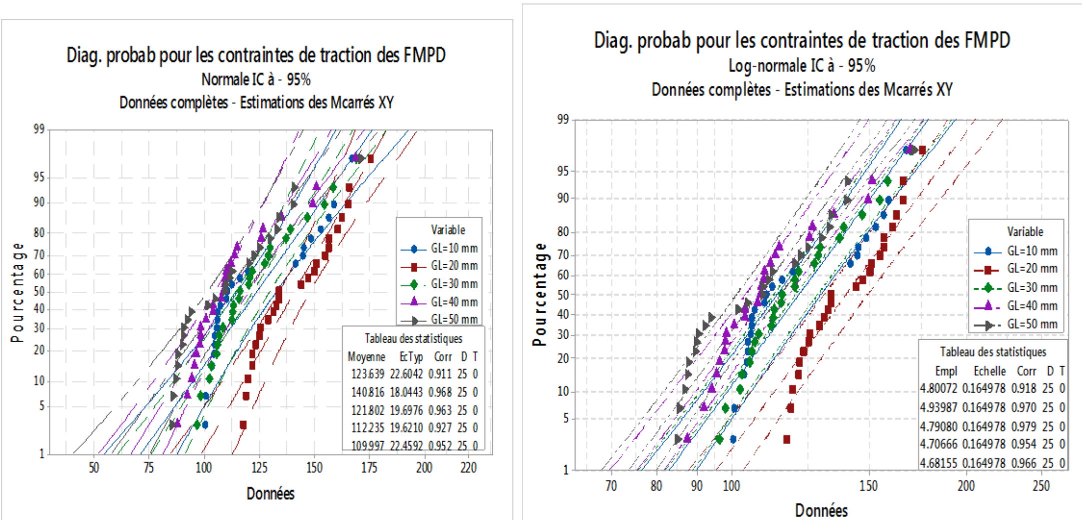


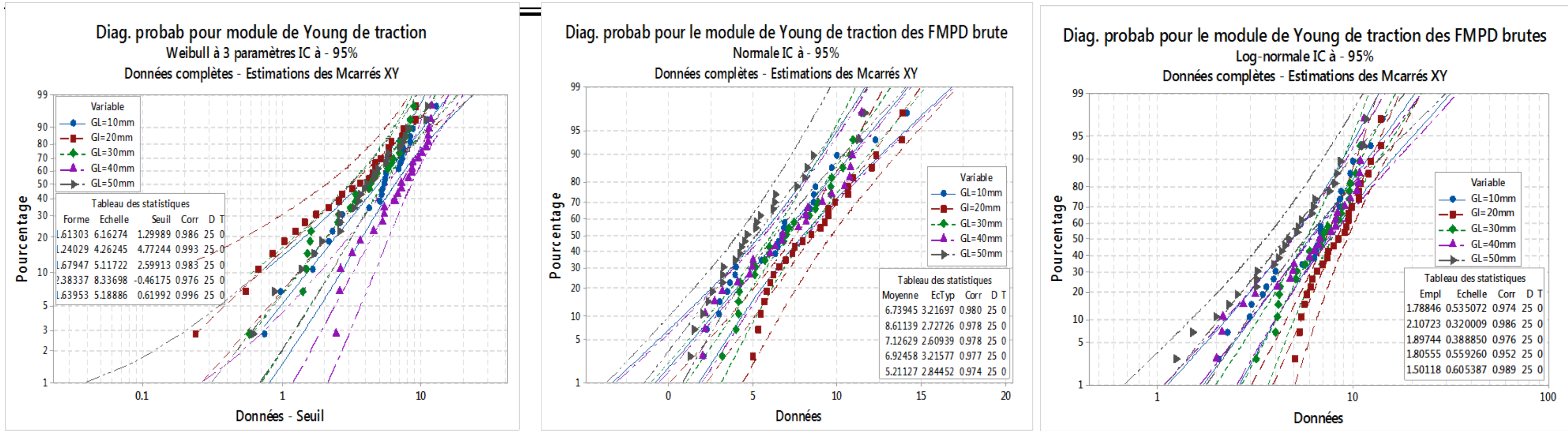
Figure III.21: Fonctions de distributions attribuées aux contraintes de tractions pour les FMPD brutes

III.6.2.2 Module de Young de traction

Le tableau III.10 représente la récapitulatif des données expérimentales avec leur analyse statistiques pour les modules de Young de traction, et ceux pour les FMPD brutes avec différents longueurs entre mors (GL). Dans ce tableau, la repense la plus élevée obtenue par les différentes distributions probabilistes, est celle estimés par la fonction de Weibull à trois paramètres avec une valeur égale à 8,74 GPa, pour une valeur du paramètre d'ajustement attribuée (R^2) égale à 99,3 %. On peut noter clairement que la distribution de Weibull à trois paramètres (Figure III.22) a permis de donner des valeurs des propriétés mécaniques proches aux valeurs moyennes obtenues expérimentalement pour les FMPD non traitées.

Tableau III.10: Récapitulatif des données expérimentales et statistiques pour les modules de Young de traction pour les FMPD brutes avec différents longueurs entre mors (GL).

Type	**Lois de distribution**	**Résultat**	**Distance entre mors**				
			10 mm	**20 mm**	**30 mm**	**40 mm**	**50 mm**
	Résultats expérimentaux	Module de Young E (GPa)	6,37	8,17	7,00	7,04	5,43
Distribution du module de Young de traction des FMPD	Weibull à trois paramètres	E Moyen (GPa) Ecart type	8,17 2,70	8,26 ± 2,52	7,04 ± 2,63	7,06 ± 2,38	5,31 ± 2,05
		R² (%)	98,6	98,9	98,3	99,0	99,6
	Normale	E Moyen (GPa) Ecart type	6,37 ±2,45	8,17 ± 2,72	7,00 ± 2,60	7,04 ±2.36	5,43 ± 2,84
		R² (%)	97,4	97,8	97,8	97,7	97,4
	Log-normale	E Moyen (GPa) Ecart type	6,90 ±2,95	8,20 ± 2,27	7,19 ±2,90	7,11 ±2,59	5,38 ± 2,18
		R² (%)	97,4	98,6	97,6	95,2	98,9
	Log- normale à trois paramètres	E Moyen (GPa) Ecart type	6,76 ± 3,25	8,67 ± 2,92	7,14 ± 2,64	6,92 ± 3,21	5,28 ± 3,04
		R² (%)	98,5	98,6	97,9	97,7	99,6
	Log-logistique à trois paramètres	E Moyen (GPa) Ecart type	6,78 ±3,37	8,71 ±3,25	7,16 ± 2,75	6,92 ±3,29	5,33 ±3,44
		R² (%)	98,1	97,8	96,9	96,6	99,3



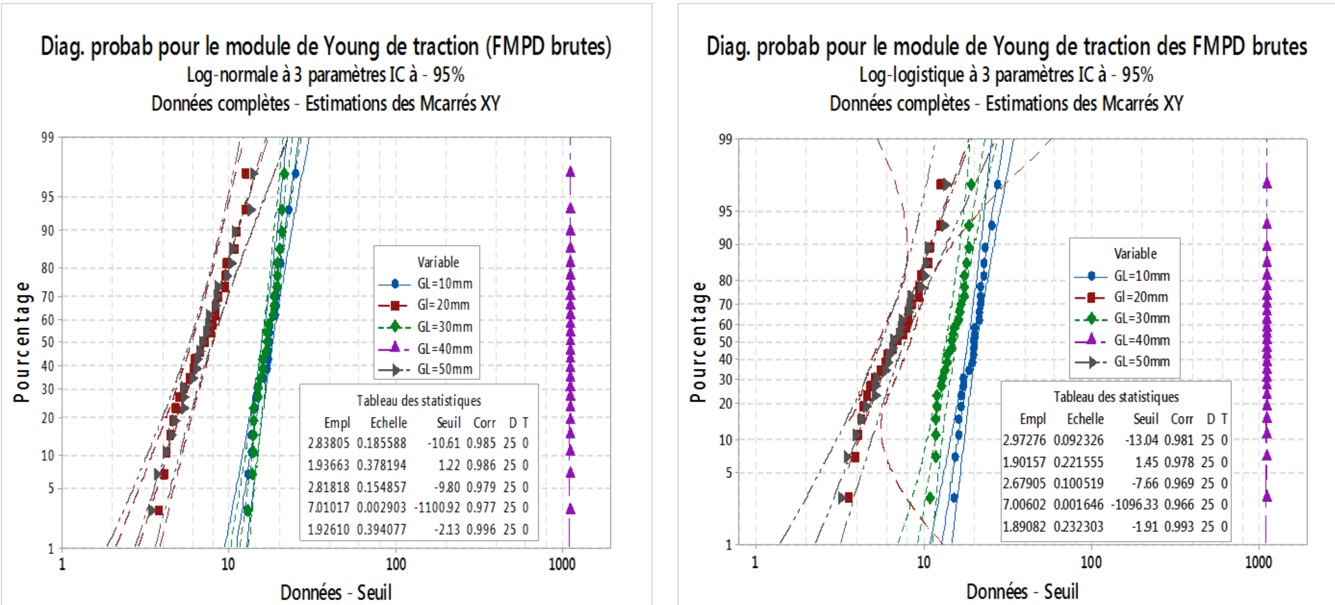


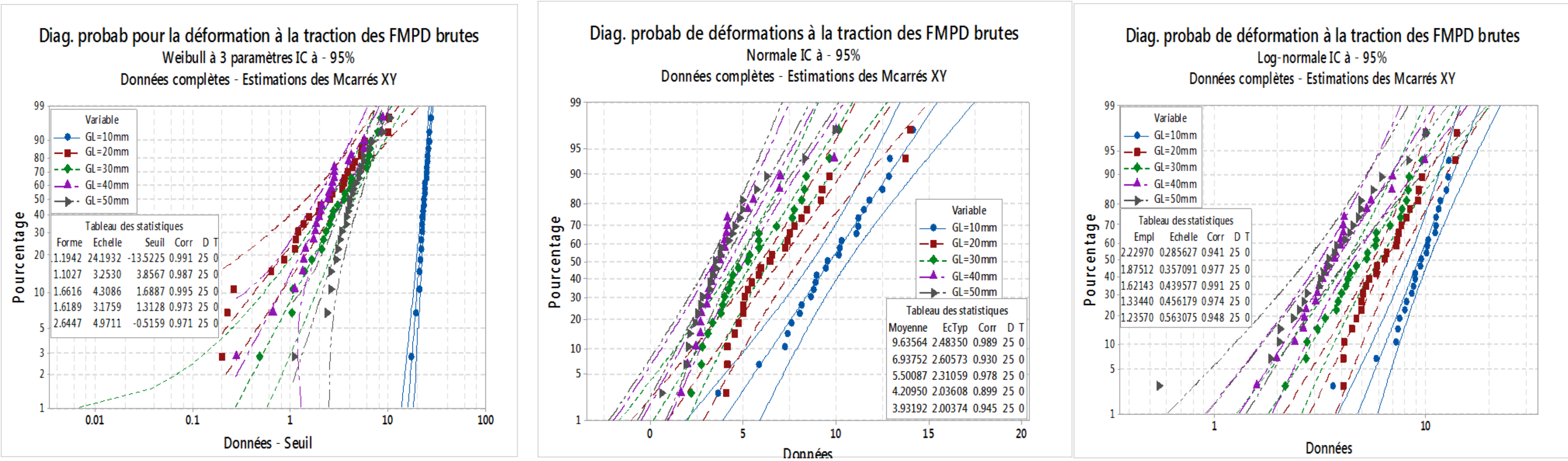
Figure III.22: Fonctions de distributions attribuées aux modules de Young de tractions pour les FMPD brutes

III.6.2.3 Déformation à la traction

Toujours, dans le sens de l'étude statistique des repenses mécaniques obtenues lors de l'essai de traction des FMPD brutes, l'évaluation des fonctions de distributions ainsi que leurs paramètres probabilistes en termes de paramètre d'ajustement attribuée (R^2), pour les valeurs de déformation sont présentées dans le tableau III.11. Cinq types de fonctions de distributions sont présentés, dont la plus convenable à notre modèle est celle de Weibull à trois paramètres, leur facteur de corrélation R^2 élevé indique que presque tous les points du graphique du modèle soit bien ajustés à l'axe de distribution, confirmée par la figure III.23.

Tableau III.11: Récapitulatif des données expérimentales et statistiques pour les déformations de traction avec différents longueurs entre mors (GL).

Type	Lois de distribution	Résultat	Distance entre les deux mors				
			10 mm	**20 mm**	**30 mm**	**40 mm**	**50 mm**
	Résultats expérimentaux	Déformations (%)	**9,63**	**6,93**	**5,20**	**4,14**	**3,64**
Distribution des déformations de traction dans des FMPD Brutes	Weibull à trois paramètres	ε Moyen (MPa) Ecart type	9,59 ±2,50	6,99 ±2,84	5,53 ± 2,38	4,15 ±1,80	3,90 ±1,79
		R² (%)	99,1	98,7	99,5	97,3	97,1
	Normale	ε Moyen (MPa) Ecart type	9,63 ± 2,48	6,93 ± 2,60	5,50 ± 2,31	4,20 ± 2,03	3,93 ± 2,00
		R² (%)	98,9	93,0	97,8	89,9	94,5
	Log-normale	ε Moyen (MPa) Ecart type	9,68 ± 2,82	6,95 ± 2,56	5,57 ± 2,57	4,21 ± 2,02	4,03 ± 2,46
		R² (%)	94,1	97,7	99,1	97,4	94,8
	Log- normale à trois paramètres	ε Moyen (MPa) Ecart type	9,63 ± 2,48	7,06 ± 3,23	5,56 ± 2,50	4,25 ± 2,23	3,95 ± 2,02
		R² (%)	98,9	99,0	99,1	98,0	98,2
	Log-logistique à trois paramètres	ε Moyen (MPa) Ecart type	9,63 ± 2,57	7,20 ± 5,25	5,,61 ± 2,90	4,33 ± 3,05	3,98 ± 2,23
		R² (%)	99,0	98,5	98,5	98,5	98,8



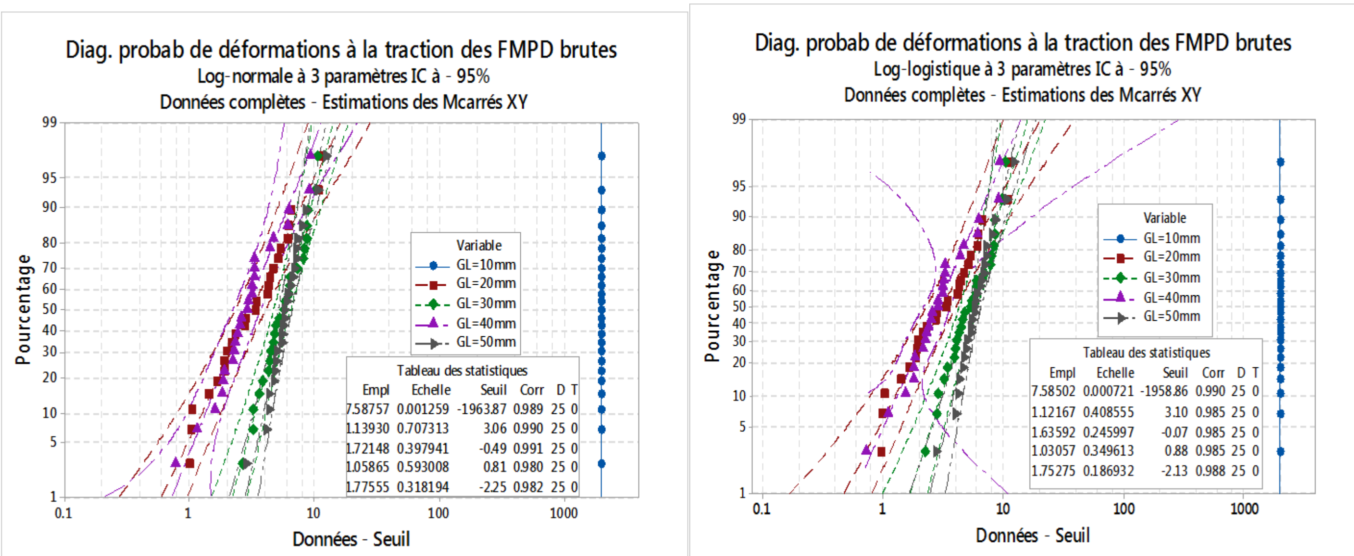


Figure III.23: Fonctions de distributions attribuées aux déformations de tractions pour les FMPD brutes

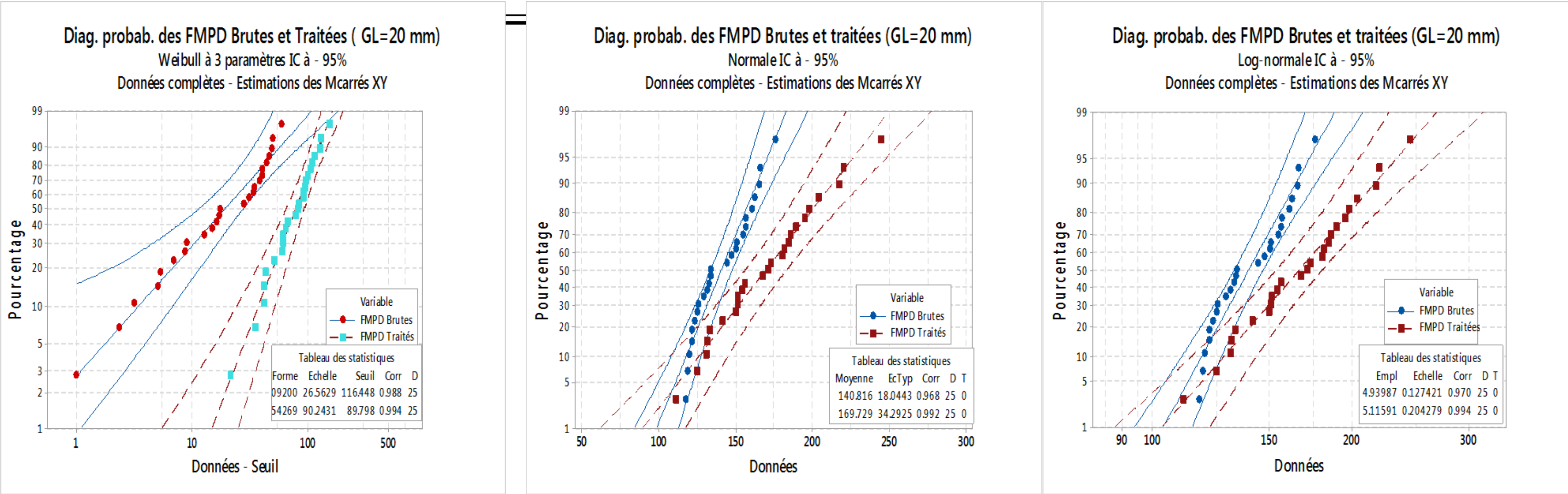
III.6.3 Lois de distributions des propriétés mécaniques des FMPD traitées

III.6.3.1 Contraintes de traction

En termes de contraintes mécaniques ultimes, et selon la conception de Taguchi L25, les essais de traction des FMPD traitées ont été effectués selon un programme de traitement alcalin détaillé dans le paragraphe III.4. Dans ce programme, les meilleurs repenses mécaniques ont été enlevées pour une longueur entre mors égale à 20 mm, l'étude statistique des propriétés mécaniques en termes de contraintes ultimes, en impliquant cinq fonctions de distributions a été évaluée dans le tableau III.12. Dans ce tableau et conformément à la figure III.24, la distribution de Weibull à trois paramètres continuellement nous donne un coefficient de corrélation R^2 le plus élevé respectivement égale à 98,8 % et à 99,4 % pour FMPD brutes et traitées.

Tableau III.12: Récapitulatif des données expérimentales et statistiques pour les contraintes ultimes de traction des FMPD brutes et traitées avec une longueur entre mors égale 20 mm.

Type	**Lois de distributions**	**Résultats**	**Distance entre mors GL = 20 mm**	
			Fibres FMPD Brutes	**Fibres FMPD traitées**
		Expérimentale (MPa)	**140,81**	**169,73**
Distribution des contraintes de traction dans des FMPD Brutes et traitées	Weibull à trois paramètres	Contraintes (MPa)	142,14	169,90
		Ecart type	±23,55	±33,76
		R² (%)	98,8	99,4
	Normale	Contraintes (MPa)	140,81	169,72
		Ecart type	±18,04	±34,29
		R² (%)	96,8	99,2
	Log-normale	Contraintes (MPa)	140,89	170,16
		Ecart type	±18,02	±35,12
		R² (%)	97,0	99,4
	Log- normale à trois paramètres	Contraintes (MPa)	141,34	170,01
		Ecart type	±20,68	±34,55
		R² (%)	97,3	99,5
	Log-logistique à trois paramètres	Contraintes (MPa)	142,21	170,17
		Ecart type	±28,65	±35,99
		R² (%)	96,2	99,3



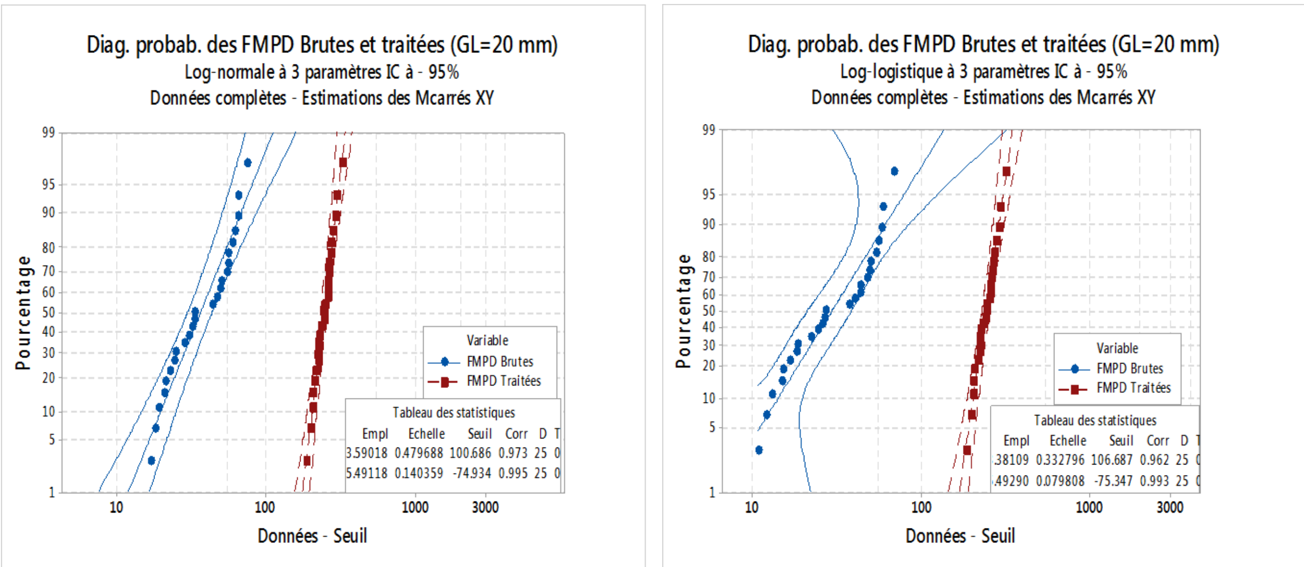


Figure III.24: Fonctions de distributions attribuées aux contraintes de tractions pour les FMPD traitées.

III.6.3.2 Module de Young de traction

Les propriétés mécaniques en termes de module de Young obtenues expérimentalement des FMPD brutes et traitées sollicitées en traction monotone, comparables avec celles obtenues par les lois de distributions statistiques, sont récapitulées dans le tableau III.13. Les cinq lois des distributions sont comparées entre eux par leurs coefficients de corrélations R^2 sont représentées dans la figure III.25, dont le plus élevé est ce obtenu avec la loi de Weibull à trois paramètres. Cette loi donne des valeurs de module de Young égale à 8,74 GPa et 10,83 GPa respectivement pour les FMPD brutes et traitées, comparées aux valeurs expérimentales qui égale à 8,71 GPa et 10,28 GPa.

Tableau III.13: Récapitulatif des données expérimentales et statistiques pour les modules de Young de traction des FMPD brutes et traitées avec une longueur entre mors égale 20 mm.

Type	**Lois de distributions**	**Résultats**	**Distance entre mors GL = 20 mm**	
			Fibres FMPD Brutes	**Fibres FMPD traitées**
		Expérimentale (MPa)	**8,71**	**10,28**
Distribution des modules de Young dans des FMPD Brutes et traitées	Weibull à trois paramètres	Module deYoung (GPa)	8,74	10,83
		Ecart type	±3,22	±8,30
		R² (%)	99,3	97,5
	Normale	Module deYoung (GPa)	8,61	10,28
		Ecart type	± 2,72	±5,71
		R² (%)	97,8	93,6
	Log-normale	Module deYoung (GPa)	8,65	10,49
		Ecart type	±2,84	±5,11
		R² (%)	98,6	96,1
	Log- normale à trois paramètres	Module deYoung (GPa)	8,67	10,62
		Ecart type	±2,92	±7,87
		R² (%)	98,6	96,1
	Log-logistique à trois paramètres	Module deYoung (GPa)	8,71	11,05
		Ecart type	± 3,25	± 5,39
		R² (%)	97,8	95,0

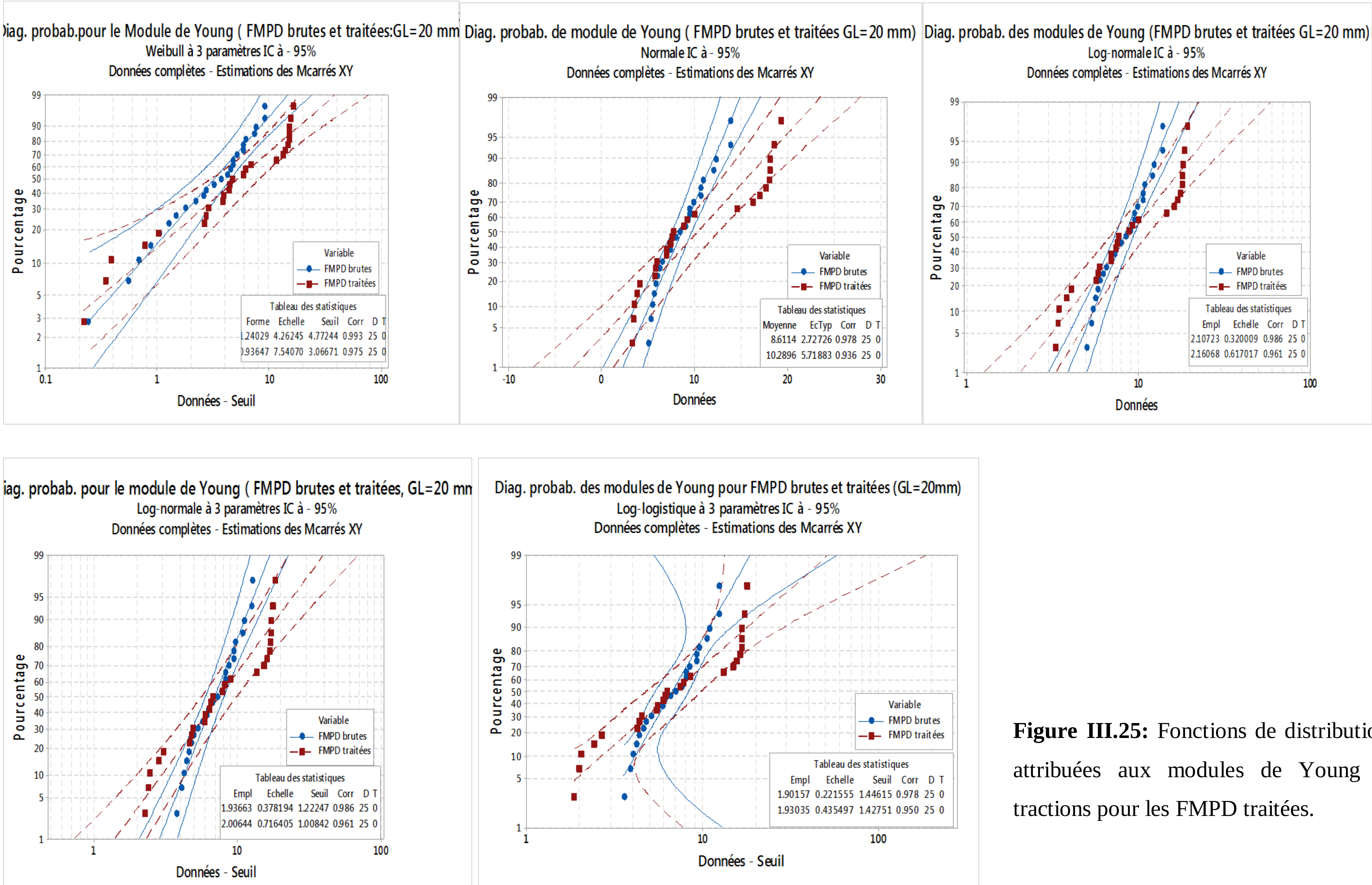


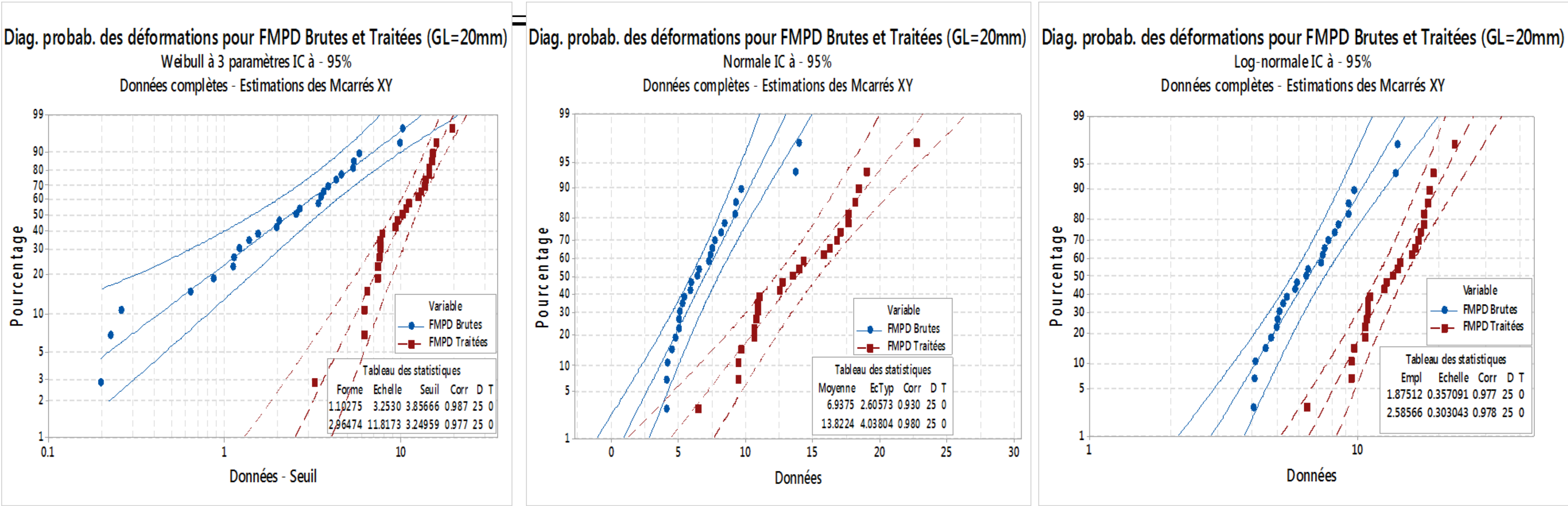
Figure III.25: Fonctions de distributions attribuées aux modules de Young de tractions pour les FMPD traitées.

III.6.3.3 Déformation à la traction

Le tableau III.14, représente les résultats des déformations expérimentales lors de la rupture des FMPD brutes et traitées obtenus lors de l'essai de traction statiques, et ceux comparées aux valeurs de déformations obtenues dans l'étude statistique par différentes lois de distributions. Une augmentation de taux de déformation des FMPD traitées de 99,4 % par rapport aux FMPD brutes est visible, et ceux du a l'effet de ductilité généré par l'élément alcalin NaOH, éliminant l'hémicellulose et la lignine. La meilleure corrélation des valeurs de déformations entre eux dans les séries des tests de traction, est obtenue dans le cas de la distribution de Weibull à trois paramètres égale à 98,7% et 97,7% respectivement pour les FMPD brutes et traitées.

Tableau III.14: Récapitulatif des données expérimentales et statistiques pour déformations de traction des FMPD brutes et traitées avec une longueur entre mors égale 20 mm.

Type	**Lois de distributions**	**Résultats**	**Distance entre mors GL = 20 mm**	
			Fibres FMPD Brutes	**Fibres FMPD traitées**
		Expérimentale (MPa)	**6,93**	**13,82**
Distribution des déformations de traction dans des FMPD Brutes et traitées	Weibull à trois paramètres	Déformation (%)	6,99	13,79
		Ecart type	±2,84	±3,87
		R^2 (%)	98,7	97,7
	Normale	Déformation (%)	6,93	13,82
		Ecart type	± 2,60	±4,03
		R^2 (%)	93,0	98,0
	Log-normale	Déformation (%)	6,95	13,89
		Ecart type	±2,56	±4,30
		R^2 (%)	97,7	97,8
	Log- normale à trois paramètres	Déformation (%)	7,06	13,84
		Ecart type	±3,23	±4,06
		R^2 (%)	99,0	98,2
	Log-logistique à trois paramètres	Déformation (%)	7,20	13,87
		Ecart type	± 5,25	±4,24
		R^2 (%)	98,5	97,9



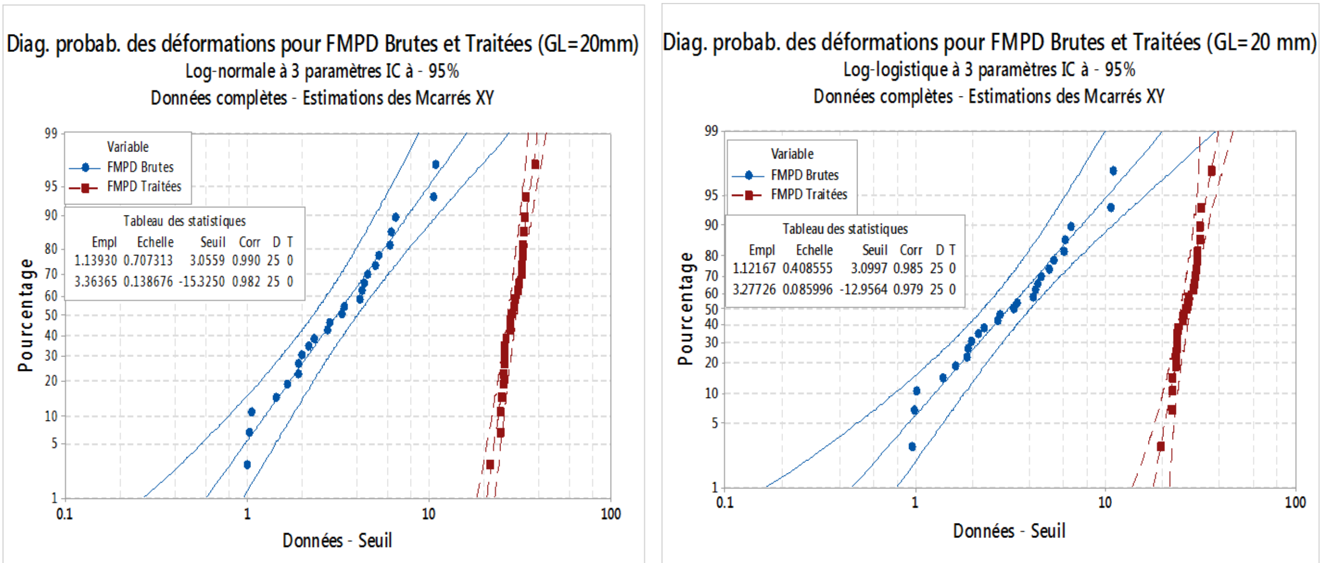


Figure III.26: Fonctions de distributions attribuées aux déformations de tractions pour les FMPD traitées.

III.7 Conclusion

Dans ce chapitre, compte tenu des résultats obtenus suite à des caractérisations soit structurelles, thermo-physiques, mécaniques et statistiques concernant le comportement des FMPDs brutes et traitées en tant qu'un élément de renforcement dans les composites, les principales conclusions sont :

- Les observations par MO ou par MEB clarifient en détail les différences de la morphologie structurale des FMPD brutes et traitées. Les FMPD non traitées présentes des impuretés surfaciques importantes y compris l'existence des corps dits de Silice, et après un traitement chimique alcalin, l'augmentation du degré de rugosité surfacique été clairement observée en raison de l'élimination de la lignine et l'hémicellulose, qui contribue à l'amélioration de l'adhérence interfaciale fibre/matrice ;
- La diffraction des rayons X a permis de confirmer l'effet du traitement chimique sur la morphologie de la structure, dont le traitement à la soude conduit à la modification de la structure des FMPD, résultant l'augmentation de l'indice de cristallinité et par conséquent une solubilisation partielle des parties amorphes de la cellulose en milieu alcalin ;
- Les résultats obtenus par la technique FTIR des bandes du spectre, illustrent une dégradation des hémicelluloses par le milieu alcalin, qui a été montrée par la disparition de certains pics ;
- Les analyses thermiques ATG et DSC présentent les différentes phases de dégradation thermique associée à l'hémicellulose, à la cellulose et à la lignine pour les FMPD brutes. L'évolution des courbes de perte de masse en termes de variation du diamètre ou variation de concentration de l'élément alcalin est très similaire et proche les unes des autres, quel que soit le taux de concentration de la solution NaOH ou bien le temps d'immersion avec un peu de décalage de la plage la stabilité thermique des fibres traitées ;
- L'analyse des résultats issue de la caractérisation mécanique des FMPD brutes et traitées lors de l'essai de traction statique suite à l'implantation du plan de Taguchi L25, a montré que les valeurs de la contrainte ultime, de la déformation à la rupture et du module Young apparaissent assez dispersées. Ces dispersions semblent relever de la nature biologique des FMPD, de conditions environnementales, et des conditions

des essais, malgré ces dispersions, le comportement mécanique en traction des FMPD peut être jugé acceptable vis-à-vis d'autres fibres végétales [12, 15, 119] ;

- Les propriétés mécaniques résultantes des essais statiques de traction des FMPD brutes ont montrées que les meilleures propriétés enlevées sont celles obtenues avec une longueur entre mors égale à 20 mm, et que le traitement alcalin améliore de manière significative les propriétés mécaniques avec une concentration de 5% NaOH pendant une durée de 2h, conduisant à une augmentation de 20,5 % de la contrainte à la rupture et de 18 % de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées ;
- L'analyse des résultats expérimentaux des essais de traction des FMPD brutes et traitées, par les méthodes statistiques de Taguchi montrée, dans une première évaluation, la signification des paramètres de l'essai de traction en termes de NaOH et temps d'immersion, reliée avec leurs effets d'interactions. À cet effet, les propriétés mécaniques évaluées par la fonction de distribution de Weibull à trois paramètres permettent d'avoir une bonne concordance (corrélation) entre les valeurs d'approximations, qui sont très proches de celles obtenues expérimentalement.

Chapitre IV

Caractérisation et optimisation des propriétés mécaniques des biocomposites Mortier/FMPD

IV.1 Introduction

L'utilisation des Fibres Naturelles (FN) dans les composites cimentaires, est une solution technique innovante, récemment, les bâtiments verts sont conçus pour être des lieux de vie et de travail respectueux de l'environnement, économiquement viables et sains. L'un des principaux matériaux actuellement utilisés dans les constructions vertes est le bio-composite bio-fibré à matrice cimentaire, ils sont élaborés par la combinaison de fibres naturelles, généralement dérivées de plantes ou de cellulose, avec des matrices cimentaires.

L'objectif principal de ce chapitre est l'identification du comportement mécanique des bio-composites élaborés à matrice cimentaire renforcée par des fibres végétales courtes, issues des fibres de la surface (Mesh) du palmier dattier (FMPD), et ceux pour une éventuelle utilisation dans des applications non structurelles. L'étude est focalisée en premier lieu sur l'influence de quatre paramètres d'élaboration des bio-mortiers à savoir : la teneur en fibres FMPD (%), la longueur (mm), la concentration du produit chimique % NaOH et leurs temps d'immersion (h) dans la solution chimique. La méthodologie de surface de réponse (RSM), établi par le logiciel Test Expert version 12, permet de minimiser le nombre de combinaisons des bio-mortiers qui peuvent être utilisés. En effet, dans notre cas nous avons quatre facteurs ayant chacun trois niveaux d'où le nombre de combinaisons total est de 81 types de bio-mortier, alors que l'utilisation de RSM conduit à un plan d'expérience de 27 combinaisons seulement. En conséquence, les essais de flexion 3-points et de compression ont été effectués sur les 27 combinaisons de bio-mortier après 28 jours de séchage afin d'identifier leur comportement mécanique ainsi que leurs caractéristiques mécaniques (contraintes à la rupture, déplacements ultimes et module de Young)

IV.2 Caractérisation mécanique des bio-mortiers renforcés par FMPD

IV.2.1 Propriétés mécaniques des bio-mortiers en flexion 3-points par l'analyse ANOVA

Les résultats expérimentaux révèlent les propriétés mécaniques moyennes issues de l'essai de flexion 3-points en termes de contrainte, déplacement et module de Young, obtenus pour les différents bio-mortiers réalisés selon le plan d'expérience RSM L27 sont présentés dans le tableau IV.1. De plus, les résultats des densités mesurées avec les mêmes bio-composites sont également présentés dans ce tableau.

Initialement, les échantillons représentant le mortier de références (sans fibres), montrent une densité plus élevée par rapport aux bio-mortiers renforcés par différents pourcentages de FMPD, et avec l'augmentation du % du renforcement, la densité diminue de manière significative jusqu'à 18,6 %, ce qui avantageait l'utilisation des FMPD comme élément d'allégement des structures en bio-mortier.

Toutes les réponses L27 (contrainte, déplacement et module d'Young) ont été analysées une par une à l'aide des modèles de régression polynomiale précis et choisis parmi des multiples modèles offerts, à savoir le modèle : linéaire, interaction à deux facteurs (2FI), quadratique et cubique. Ces modèles sont évalués statistiquement dans le tableau IV.2, afin de déterminer les variables les plus significatives qui agissent directement dans l'estimation des caractéristiques mécaniques du bio-mortier.

Afin de sélectionner le modèle le plus approprié récapitulé dans le tableau IV.2 et ayant des termes significatifs les plus élevés et qui n'est pas aliasé, l'approche ici est d'utiliser le modèle de surface de réponse comme indicateur pour cette sélection. Dans les essais de flexion 3-points, les modèles cubique et quadratiques présentent les coefficients de corrélations en termes de : R^2, Adjusted R^2 et Predicted R^2, les plus élevés qui correspondent aux critères de sélections du modèle statistique le plus pertinent. Cependant, le modèle cubique est exclu (aliasé) d'après sa configuration, et ne peut pas être sélectionné, car pour évaluer tous les coefficients indépendamment, plusieurs points de conception assez élevées sont requis, donc son utilisation conduira à des graphiques inexactes et perturbées. Cette hypothèse est pratiquement confirmée par les travaux de Ruangmee *et al.* [129], Mohamad Zaki *et al.* [130] et Patpen *et al.* [131]. D'autre part, les modèles linéaires et 2FI sont également imprécis car ils ont des coefficients de corrélation très faibles. Par conséquent, le modèle quadratique est adopté pour la continuation de l'étude statistique.

Tableau IV.1 : Conception expérimentale et paramètres de réponse pour les tests de flexion 3-points réalisée par RSM Box-Behnken L27

Run	Facteur 1	Facteur 2	Facteur3	Facteur 4	Densités des échantillons (kg/ dm^3)	Essai de flexion 3-points					
						Réponse 1		Réponse 2		Réponse 3	
	A: Fibre (%)	B: longueur (mm)	C: NaOH (%)	D: Temps (h)		Contrainte (MPa)	SD	Module de Young (MPa)	SD	Déplacements (mm)	SD
Contrôle	0	0	0	0	2.04	4,0	±0.33	930,0	± 62,8	0,1990	±0,070
1	1	15	3	8	1,99	4,0	±0,07	775,1	±135,3	0,3353	±0,171
2	5	10	3	14	1,77	3,0	±0,44	368,5	±135,3	0,4800	±0,118
3	5	5	3	8	1,82	3,6	±0.16	376.6	±80.80	0.4506	±0,031
4	3	10	1	2	1,86	4,1	±0,46	561,0	±76,70	0,5009	±0,191
5	3	5	5	8	1,88	4,5	±0,44	816,5	±109,8	0,4359	±0,073
6	3	10	3	8	1,90	2,8	±0,17	784,9	±110,6	0,2786	±0,064
7	3	15	3	2	1,86	3,9	±0,20	418,4	±66,10	0,5243	±0,045
8	1	5	3	8	2,00	5,1	±0,28	1106,4	±222,8	0,2794	±0,039
9	1	10	5	8	1,98	4,7	±0,21	1087,1	±229,3	0,2683	±0,050
10	5	10	5	8	1,77	2,8	±0,23	218,3	±31,10	0,4960	±0,485
11	3	15	5	8	1,93	3,3	±0,06	826,4	±44,90	0,2260	±0,155
12	3	10	3	8	1,90	2,8	±0,17	784,9	±110,6	0,2786	±0,064
13	5	10	3	2	1,79	3,3	±0,49	247,5	±45,40	0,5396	±0,147
14	1	10	1	8	1,98	4,1	±0,13	689,9	±74,80	0,3130	±0,053
15	3	10	5	2	1,86	4,0	±0,35	672,6	±102,6	0,2743	±0,083
16	1	10	3	14	2,03	4,2	±0,32	848,4	±55,70	0,3400	±0,058
17	1	10	3	2	1,99	4,4	±0,39	797,8	±80,60	0,3716	±0,077
18	3	5	1	8	1,90	3,8	±0,21	1036,0	±254,5	0,2263	±0,151
19	3	15	1	8	1,89	3,6	±0,26	466,7	±71,50	0,5533	±0,048
20	5	10	1	8	1,70	2,9	±0,20	258,8	±39,50	0,4556	±0,219
21	3	5	3	2	1,90	4,6	±0,21	946,9	±140,7	0,3493	±0,029
22	3	10	3	8	1,90	2,8	±0,17	784,9	±110,6	0,2786	±0,064
23	3	5	3	14	1,90	4,4	±0,39	1022,9	±196,0	0,3093	±0,099
24	3	10	5	14	1,90	3,4	±0,18	718,5	±192,4	0,2780	±0,021
25	3	10	1	14	1,89	3,4	±0,30	677,4	±156,4	0,4246	±0,083
26	5	15	3	8	1,66	2,6	±0,20	165,9	±19,40	0,5873	±0,114
27	3	15	3	14	1,88	2,9	±0,20	594,3	±15,21	0,3420	±0,222

Tableau IV.2 : Modèles statistiques résumant les réponses : contrainte, déplacement et module de Young, pour le test de flexion 3-points.

Source	**Std. Dev.**	**R^2**	**Adjusted R^2**	**Predicted R^2**	**PRESS**	
Contrainte de flexion 3-points						
Linear	0,3888	0,7317	0,6829	0,6594	4,220	
2FI	0,4179	0,7746	0,6336	0,6210	4,700	
Quadratic	0,1563	0,9763	0,9487	0,8637	1,690	**Suggéré**
Cubic	0,0284	0,9997	0,9983	0,9625	0,464	**Aliasé**
Déplacement à la flexion 3-points						
Linear	0,0839	0,5026	0,4121	0,2627	0,2293	
2FI	0,0672	0,7675	0,6222	0,4360	0,1754	
Quadratic	0,0455	0,9200	0,8267	0,5392	0,1433	**Suggéré**
Cubic	0,0145	0,9973	0,9824	0,6090	0,1216	**Aliasé**
Module de Young de flexion 3-points						
Linear	137,07	0,7883	0,7498	0,6764	6,316E+05	
2FI	130,62	0,8602	0,7728	0,5787	8,225E+05	
Quadratic	69,61	0,9702	0,9355	0,8284	3,350E+05	**Suggéré**
Cubic	44,30	0,9960	0,9739	0,4208	1,131E+06	**Aliasé**

L'analyse ANOVA des tests de flexion 3-points présentés dans le tableau IV.2 confirme que le modèle de régression quadratique est en bon accord avec les critères de sélection, qui seront choisis pour construire la surface de réponse dans un processus d'optimisation ultérieure.

Par conséquent, les tableaux IV.3, IV.4 et IV.5 présentent respectivement l'évaluation de la contrainte, du déplacement et du module d'Young pour l'essai de flexion 3-points, et ceux par l'analyse ANOVA du modèle quadratique proposé. L'indice d'évaluation de la fiabilité du modèle F-value et R^2, avec le paramètre probabiliste P-value ont été utilisés pour mesurer l'adéquation du modèle proposé avec les données expérimentales établie. L'hypothèse révèle que, si le paramètre P-value est inférieur à 0,05, les réponses extraites des essais mécaniques peuvent être considérées comme significatives.

Dans ce contexte, vu l'indice d'évaluation de la fiabilité avec le paramètre probabiliste du modèle quadratique, les paramètres indépendants A, B, D, ainsi que les combinaisons

binaires AC, BC, BD (Tableaux IV.3) pour la contrainte de flexion 3-points sont considérés comme significatifs. En revanche, les termes A, B, C, D, et les combinaisons AC, BC (Tableau IV.4) pour le déplacement ultime de flexion sont considérés aussi comme significatifs. De même, l'analyse ANOVA pour le modèle quadratique évaluant le module de Young implique que les quatre paramètres d'élaborations A, B, C et D avec la combinaison BC (Tableau IV.5) sont considérés comme significatifs, c'est-à-dire leur valeur influe directement sur les résultats.

Pour ces conditions, les termes C, AB, AD et AB, AD, BD CD et AB, AC, AD, BD, CD respectivement ne sont pas significatifs pour la contrainte de flexion, le déplacement et le module de flexion, et par conséquent, ils ne sont pas utilisés pour déduire l'expression finale du modèle mathématique le plus appropriée.

Tableau IV.3 : Analyse ANOVA pour le modèle quadratique de la contrainte en flexion 3-points.

Type de test	**Contrainte de flexion 3-points**					
Source	**Sum of Squares**	**df**	**Mean Square**	**F-value**	**P-value**	**Remarque**
Modelés	12,10	14	0,8642	35,36	< 0,0001	Significatif
A- fraction Fibres	5,61	1	5,61	229,65	< 0,0001	Significatif
B-Longueur (mm)	2,66	1	2,66	108,71	< 0,0001	Significatif
C-NaOH (%)	0,0481	1	0,0481	1,97	0,1860	Non-Significatif
D-temps(h)	0,7484	1	0,7484	30,61	0,0001	Significatif
AB	0,0012	1	0,0012	0,0491	0,8284	Non-Significatif
AC	0,1199	1	0,1199	4,90	0,0469	Significatif
AD	0,0004	1	0,0004	0,0178	0,8959	Non-Significatif
BC	0,2412	1	0,2412	9,87	0,0085	Significatif
BD	0,1637	1	0,1637	6,70	0,0238	Significatif
CD	0,0049	1	0,0049	0,2008	0,6621	Non-Significatif
A^2	0,8525	1	0,8525	34,88	< 0,0001	Significatif
B^2	1,79	1	1,79	73,36	< 0,0001	Significatif
C^2	0,8082	1	0,8082	33,06	< 0,0001	Significatif
D^2	1,29	1	1,29	52,85	< 0,0001	Significatif
Residual	0,2933	12	0,0244			
Lack of Fit	0,2933	10	0,0293			
Pure Error	0,0000	2	0,0000			
Cor Total	12,39	26				
Fit Statistics	**Std Dev = 0,1475**			**R^2= 0,9719**		
	Mean = 3,67			**Adjusted R^2** = 0,954		
	C.V. %4,02			**Predicted R^2** = 0,899		
				Adeq Precision = 24,530		

Tableau IV.4 : Analyse ANOVA pour le modèle quadratique du déplacement.

Type de test	**Déplacement en flexion 3-points**					
Source	**Sum of Squares**	**df**	**Mean Square**	**F-value**	**p-value**	**Remarque**
Model	0,2861	14	0,0204	9,86	0,0002	Significatif
A-Fiber fraction	0,1011	1	0,1011	48,77	< 0,0001	Significatif
B-Fiber length	0,0223	1	0,0223	10,75	0,0066	Significatif
C-NaOH	0,0204	1	0,0204	9,86	0,0085	Significatif
D-Time	0,0124	1	0,0124	6,00	0,0307	Significatif
AB	0,0016	1	0,0016	0,7878	0,3922	Non-Significatif
AC	0,0018	1	0,0018	0,8713	0,3690	Non-Significatif
AD	0,0002	1	0,0002	0,0945	0,7638	Non-Significatif
BC	0,0721	1	0,0721	34,77	< 0,0001	Significatif
BD	0,0051	1	0,0051	2,44	0,1440	Non-Significatif
CD	0,0016	1	0,0016	0,7717	0,3969	Non-Significatif
A^2	0,0387	1	0,0387	18,69	0,0010	Significatif
B^2	0,0123	1	0,0123	5,93	0,0314	Significatif
C^2	0,0039	1	0,0039	1,90	0,1933	Non-Significatif
D^2	0,0208	1	0,0208	10,01	0,0082	Significatif
Residual	0,0249	12	0,0021			
Lack of Fit	0,0249	10	0,0025			
Pure Error	0,0000	2	0,0000			
Cor Total	0,3110	26				
Fit Statistics	**Std.Dev** = 0,0455			**R^2** = 0,9200		
	Mean = 0,3777			**Adjusted R^2** = 0,8267		
	C.V. % = 12,06			**Predicted R^2** = 0,5392		
				AdeqPrecision = 10,4514		

Tableau IV.5: Analyse ANOVA pour le modèle quadratique du module de Young.

Test Type	**Module de Young de flexion 3-points**					
Source	**Sum of Squares**	**df**	**Mean Square**	**F-value**	**P-value**	**Remarques**
Model	1,894E+06	14	1,353E+05	27,92	< 0,0001	Significatif
A-Fiber fraction	1,122E+06	1	1,122E+06	231,51	< 0,0001	Significatif
B-Fiber length	3,531E+05	1	3,531E+05	72,87	< 0,0001	Significatif
C-NaOH %	35157,80	1	35157,80	7,26	0,0195	Significatif
D-Time h	28596,77	1	28596,77	5,90	0,0318	Significatif
AB	3636,09	1	3636,09	0,7503	0,4034	Non-Significatif
AC	47888,03	1	47888,03	9,88	0,0085	Significatif
AD	1242,55	1	1242,55	0,2564	0,6218	Non-Significatif
BC	83868,16	1	83868,16	17,31	0,0013	Significatif
BD	2491,67	1	2491,67	0,5142	0,4871	Non-Significatif
CD	1239,04	1	1239,04	0,2557	0,6223	Non-Significatif
A^2	1,709E+05	1	1,709E+05	35,27	< 0,0001	Significatif
B^2	2697,66	1	2697,66	0,5567	0,4700	Non-Significatif
C^2	9802,82	1	9802,82	2,02	0,1804	Non-Significatif
D^2	20665,14	1	20665,14	4,26	0,0612	Non-Significatif
Residual	58151,21	12	4845,93			
Lack of Fit	58151,21	10	5815,12			
Pure Error	0,0000	2	0,0000			
Cor Total	12,39	26				
Fit Statistics	**Std Dev = 74,55**			**R^2 = 0,9459**		
	Mean = 668,62			**Adjusted R^2 =** 0,9260		
	C.V. % = 11,15			**Predicted R^2** = 0,8856		
				Adeq Precision = 23,5258		

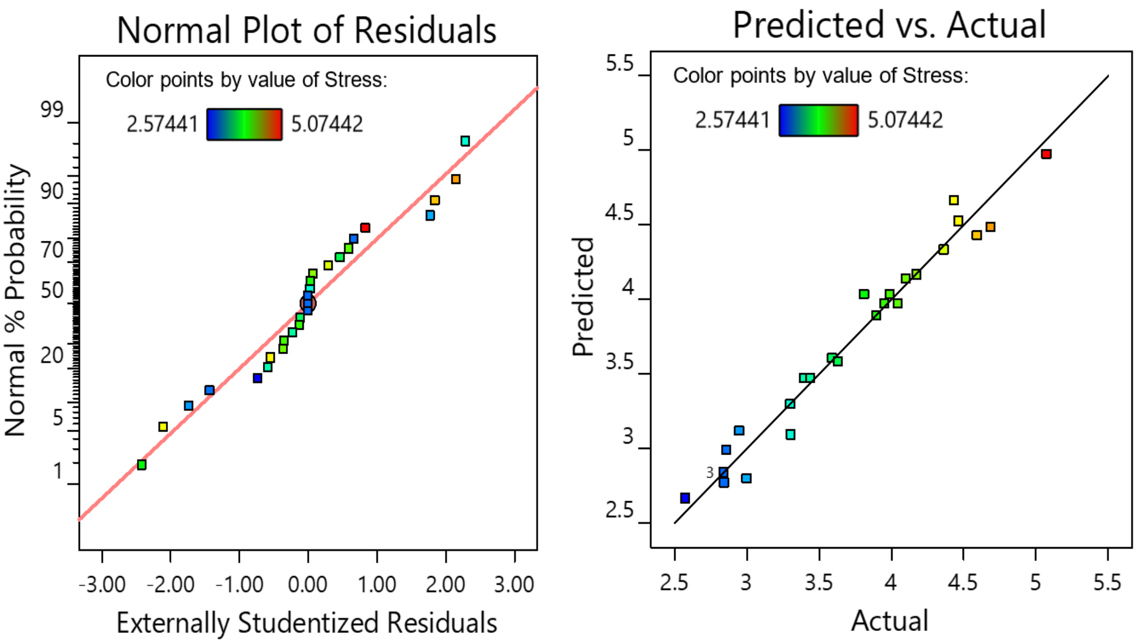
De plus, en utilisant le logiciel Design-Exper pour tester l'ajustement du modèle choisi, la réponse prévue symbolisée par (Y) adaptés par le modèle de régression quadratique ANOVA pour la contrainte de flexion (Y_1), le déplacement ultime à la flexion (Y_2), et le module de Young de flexion (Y_3) ont été évalués respectivement pour déduire l'expression finale du modèle mathématique représenté par les équations suivantes.

$$Y_{1\ (\text{contrainte de flexion})} = 2{,}839 - 0{,}684\times A - 0{,}471\times B - 0{,}25\times D - 0{,}173\times AC - 0{,}246\times BC - 0{,}202\times BD + 0{,}4\times A^2 + 0{,}58\times B^2 + 0{,}389\times C^2 + 0{,}492\times D^2 \qquad \text{(IV.1)}$$

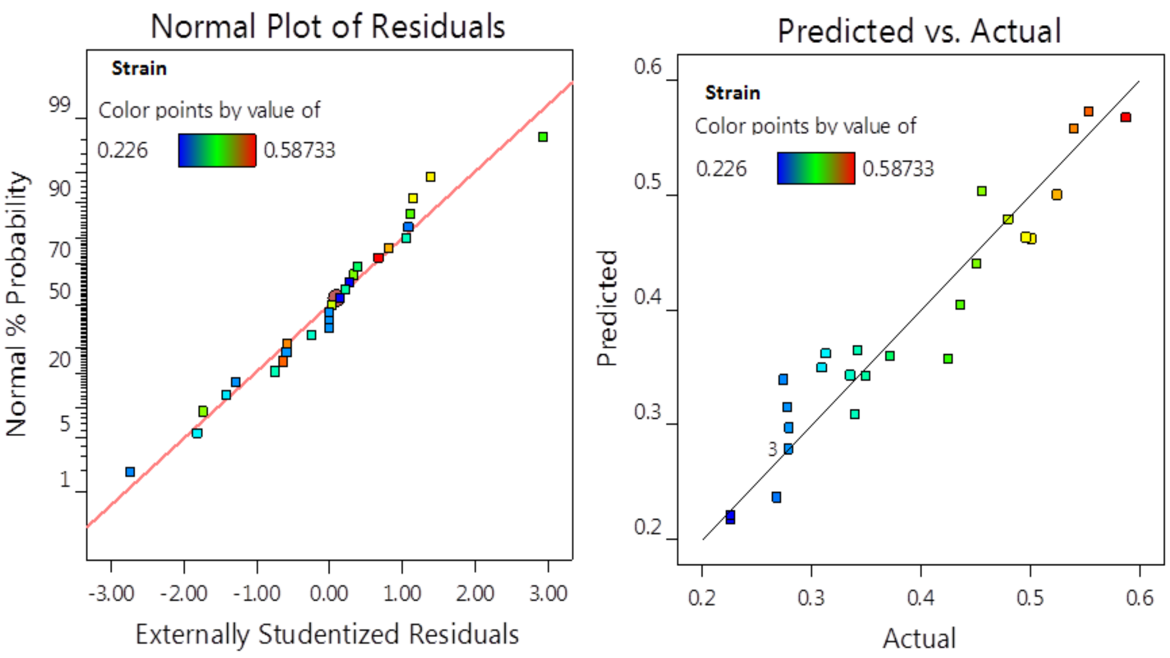
$$Y_{2\ (\text{déplacement})} = +\ 0{,}2787 + 0{,}0918\ A + 0{,}0431\ B - 0{,}0413\ C - 0{,}0322\ D + 0{,}0202\ AB + 0{,}0212\ AC - 0{,}0070\ AD - 0{,}1342\ BC - 0{,}0356\ BD + 0{,}0200\ CD + 0{,}0852\ A^2 + 0{,}0480\ B^2 + 0{,}0272\ C^2 + 0{,}0624\ D^2 \qquad \text{(IV.2)}$$

$$Y_{3\ (\text{Module de flexion})} = 740{,}831 - 305{,}764\times A - 171{,}547\times B + 54{,}128\times C + 48{,}817\times D - 109{,}417\times AC + 144{,}8\times BC - 162{,}484\times A^2 \qquad \text{(IV.3)}$$

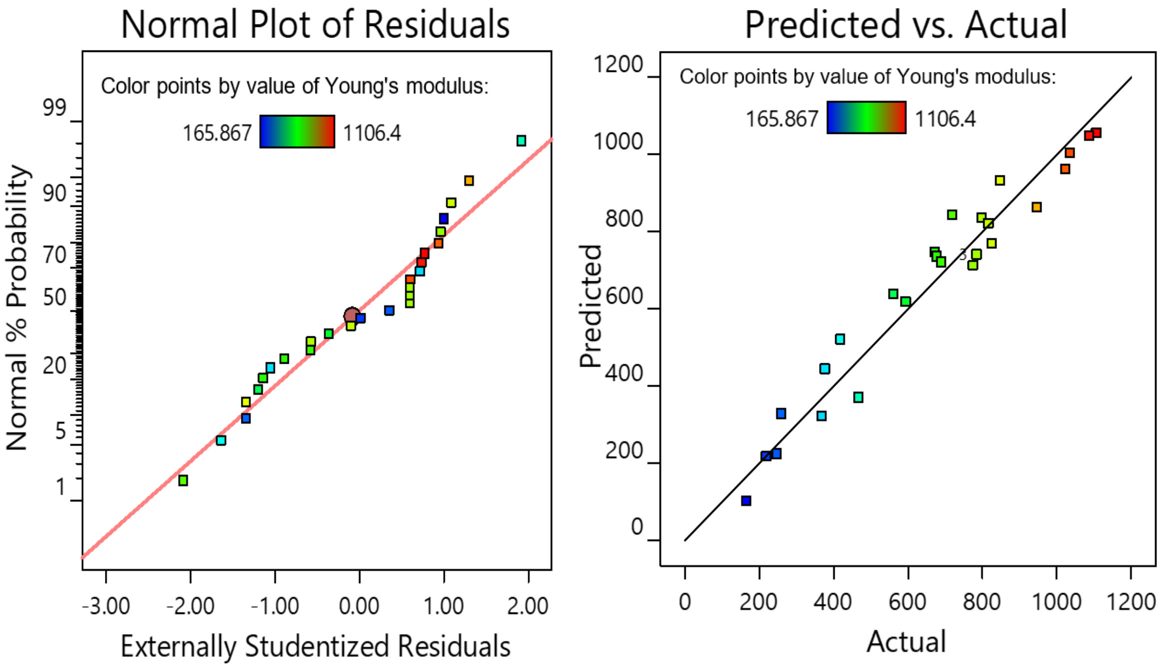
La corrélation entre les valeurs de réponse réelles obtenues à partir des résultats expérimentaux, par rapport aux valeurs de réponse prédites sur la base des équations du modèle quadratique Y_1, Y_2 et Y_3, peut être observée dans les graphiques de la figure IV.1. L'adaptation du modèle choisi doit être évaluée à l'aide de l'écart entre les valeurs prédites et réelles (appelées résidus), qui doivent suivre une distribution normale. Par conséquent, la droite observée sur : la figure IV.1.a pour la visualisation des contraintes de flexion, la figure IV.1.b pour la visualisation des déplacements et la figure IV.1.c pour la visualisation des module de Young, montrent que l'évaluation du résidu suit une distribution linéaire normale, ce qui révèle que les modèles sont adéquats pour toutes les réponses précitées estimées.


Normal Plot of Residuals
Color points by value of Stress:
2.57441
5.07442
Normal % Probability
Externally Studentized Residuals
Predicted vs. Actual
Color points by value of Stress:
2.57441
5.07442
Predicted
Actual

-a-


Normal Plot of Residuals
Strain
Color points by value of
0.226
0.58733
Normal % Probability
Externally Studentized Residuals
Predicted vs. Actual
Strain
Color points by value of
0.226
0.58733
Predicted
Actual

-b-

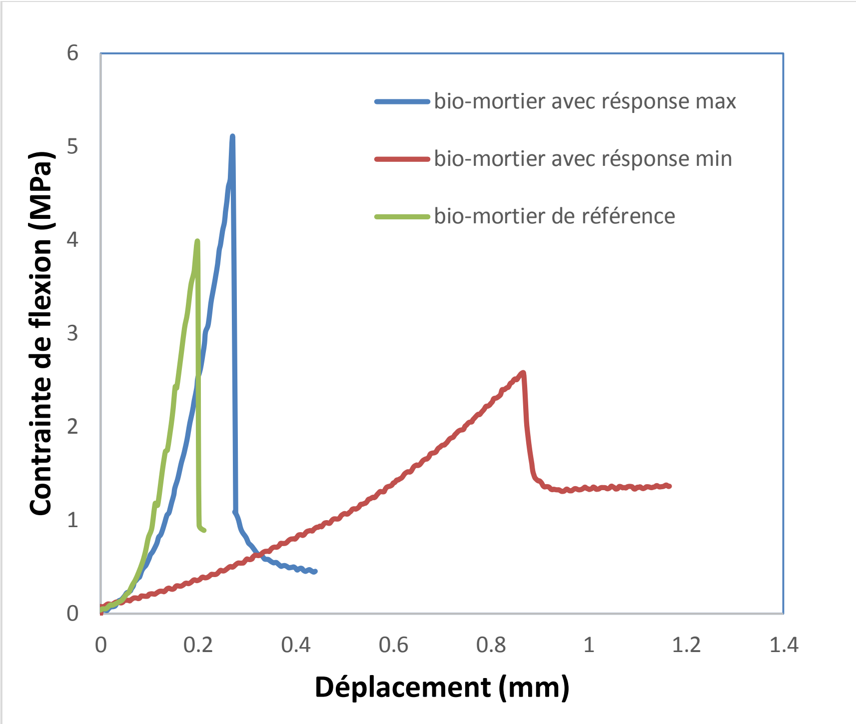


-c-

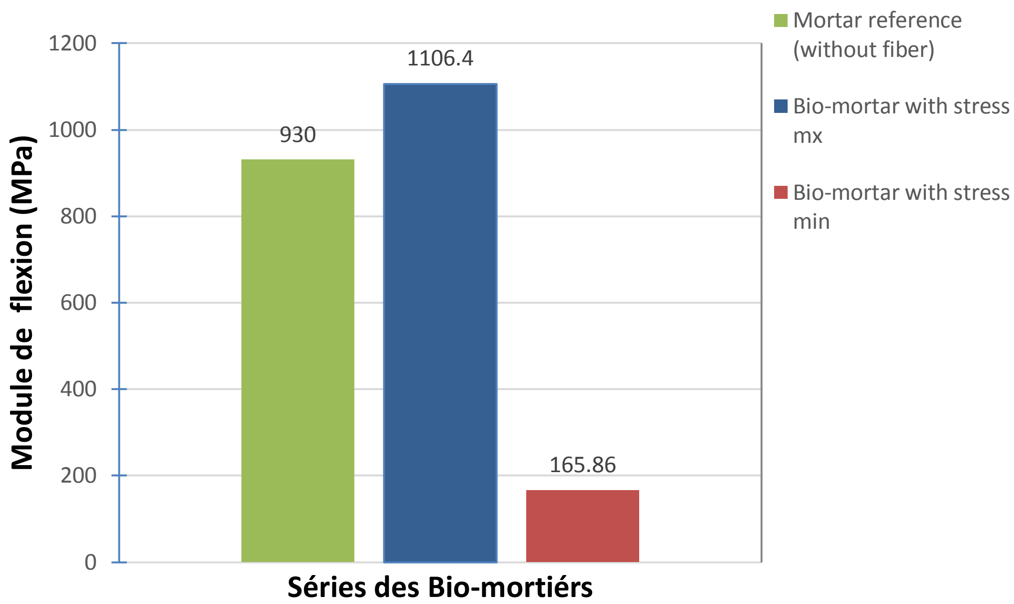
Figure IV.1 : Graphiques probabilistes pour les résultats expérimentaux par rapport à ceux prédits par le modèle mathématique pour le cas des essais de flexion 3-points : a) contraintes, b) déplacement ultime et c) module de Young.

Cependant, le renforcement du mortier avec du FMPD peut conduire à des augmentations ou à des réductions dans les valeurs des trois réponses mécaniques précitées. Dans ce cas, la figure IV.2 montre le comportement mécanique défini par l'allure contrainte/déformation (Figure IV.2.a) ainsi que l'histogramme de la variation du module de Young de flexion (Figure IV.2.b) dans les cas extrêmes (max et min), par rapport au mortier de référence.

Le bio-mortier présentant les meilleures propriétés mécaniques aux tests de flexion montrée dans la figure IV.2.a, a été obtenu pour une teneur en fibres de 1 %, une longueur de fibres de 5 mm traité avec 3 % de NaOH pendant 8 h. Dans ce cas, les valeurs se situent autour de 5,1 MPa, 0,28 mm et 1106,4 MPa, qui peuvent donner des augmentations de 27,5 %, 48% et 18,9 % respectivement, pour la contrainte, le déplacement ultime et le module de Young (figure IV.2.b).



(a)



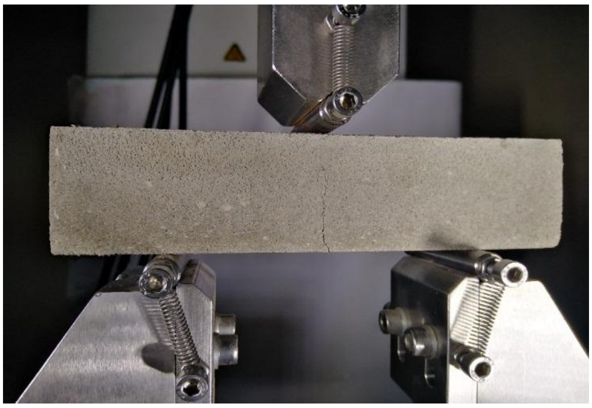
b)

Figure IV.2 : Comparaison des propriétés mécaniques en flexion 3-points pour un mortier de référence et bio-mortiers avec une réponse maximale et minimale pour : a) Contrainte et b) Module de Young.

En revanche, un mortier renforcé avec 5 % de fibres de longueur de 15 mm, traité avec 3 % de NaOH pendant 8 h a donné la contrainte et le module de flexion les plus faibles respectivement égales à 2,6 MPa, et 165,9 MPa, soit des diminutions respectives de 35,0 % et 82,1 % par rapport au mortier de référence (Figure IV.2.b). Par contre, dans ces conditions, une augmentation du déplacement ultime de 62,9 % est pratiquement observée sur la courbe contrainte/déformation de la figure IV.2.a, cette augmentation est réservée à la ductilité provoquée par l'augmentation de la fraction massique des FMPD dans le mortier comparé au mortier de référence.

De plus, et selon la même figure IV.2 comparée aux faciès de la coupe transversale présentée dans la figure IV.3, il est possible d'observer que l'augmentation de la teneur en FMPD dans le bio-mortier favorise des déformations plus importantes (ductilité plus élevée des éprouvettes), entrainant une cohérence FMPD/matrice cimentaire (mortier). Contrairement, un comportement fragile a été observé dans les échantillons de référence avec des taux de porosité très élevés.

Ce comportement est en bon accord avec les travaux développés par des essais de flexion effectués par Boumhaout *et al.* [126] et Kesikidou et Stefanidou [132]. Dans ce cas, Boumhaout *et al.*, ont étudié l'incorporation de fibres de palmier dattier dans le mortier pour différentes teneurs de fibre (1, 3, 4 et 6 % en poids), ils ont observé que l'ajout de 1 % était responsable d'une augmentation de la résistance à la flexion environ 13,9 % supérieure à celle des échantillons témoins. Cependant, cela permet également d'obtenir des échantillons de bio-mortier plus ductiles. D'autre part, Kesikidou et Stefanidou, ont rapporté que 1,5 % de fibres naturelles (jute, noix de coco et varech) favorisait respectivement des augmentations de la résistance à la flexion d'environ 16,5 %, 24,7 % et 28,4 %, ce qui nous ramène nos résultats obtenir dans cette recherche à un avantage très significatif.



σ = 4,0 MPa , E = 930 Mpa.



Coupe transversale du mortier de référence.

(a)



σ = 5,1 Mpa , E = 1106,4 Mpa



Coupe transversale du bio-mortier ayant meilleur résultats.

(b)



σ = 2,60 MPa , E = 165,9 MPa



Coupe transversale du bio-mortier ayant mauvaise résultats

(c)

Figure IV.3: Mécanismes d'endommagement des échantillons testés en flexion 3-points pour : a) éprouvette témoins, b) bio-mortier ayant la meilleure réponse mécanique et c) bio-mortier ayant la plus mauvaise réponse mécanique.

.

IV.2.2 Propriétés mécaniques des bio-mortiers en compression par l'analyse ANOVA

Dans cette recherche, en plus de l'essai de flexion 3-points, l'essai de compression a été adopté afin de déterminer la contrainte à la rupture, le déplacement ultime et le module de Young des échantillons en bio-mortiers selon le même plan RSM L27, les résultats de ces trois réponses sont présentés au tableau IV.6.

L'analyse des réponses obtenues expérimentalement (contrainte, déplacement et module de compression) a été effectuée par le modèle de régression quadratique choisis parmi les multiples modèles proposés au tableau IV.7. La détermination des variables les plus significatives a été établie par identification des coefficients de corrélations : de l'indice d'évaluation de la fiabilité du modèle F-value, R^2, Adjusted R^2 et Predicted R^2 les plus élevés.

En suivant la même démarche de sélection proposée dans le paragraphe précédent (IV.2.2***)***, les réponses extraites des essais mécaniques de compression peuvent être considérées comme significatives dans les cas suivants :

- Pour les contraintes de compression, les paramètres indépendants A, C, D, et dépendants AC, AD et BD (Tableau IV.8).
- Pour le déplacement ultime à la compression, les paramètres indépendants A, B et dépendants AB, AD et BD (Tableau IV.9).
- Pour le module de compression, les paramètres indépendants A, B, C et dépendants AD, BC et BD (Tableau IV.10).

En revanche, tout le reste des paramètres soit pour les contraintes, les déplacements où les modules de Young sont considérés comme non significatifs, par conséquent, ils ne sont pas utilisés pour déduire les expressions finales des équations des modèles de régression pour l'essai de compression.

.

Tableau IV.6 : Conception expérimentale des paramètres de réponse pour les tests de compression réalisée par RSM Box-Behnken L27

Run	Factor 1	Factor 2	Factor 3	Factor 4	Essai de Compression					
					Response 1		Response 2		Response 3	
	A:Fiber (%)	B:Fiber length (mm)	C:NaOH (%)	D:Time (h)	Contrainte (MPa)	SD	Module de Young (GPa)	SD	Déplacement (mm)	SD
Control	0	0	0	0	11,2	±1,2	24,0	±2,5	0,759	±0,026
1	1	15	3	8	17,4	±2,6	25,3	±2,1	1,478	±0,519
2	5	10	3	14	8,2	±1,0	25,6	±1,9	1,090	±0,041
3	5	5	3	8	7,9	±1,5	13,1	±1,5	2,332	±0,620
4	3	10	1	2	13,11	±1,6	28,5	±1,9	1,064	±0,147
5	3	5	5	8	15,0	±2,0	34,6	±2,7	1,564	±0,299
6	3	10	3	8	13,2	±1,7	31,6	±0,8	0,809	±0,103
7	3	15	3	2	14,6	±1,4	24,1	±1,2	0,786	±0,100
8	1	5	3	8	16,4	±1,8	31,0	±2,6	1,157	±0,241
9	1	10	5	8	21,0	±1,5	37,7	±0,4	1,093	±0,083
10	5	10	5	8	7,6	±0,6	27,5	±1,3	0,648	±0,139
11	3	15	5	8	14,2	±1,5	27,3	±0,5	0,843	±0,079
12	3	10	3	8	13,2	±1,7	31,6	±0,8	0,809	±0,103
13	5	10	3	2	7,0	±1,2	9,0	±1,1	0,718	±0,118
14	1	10	1	8	16,1	±1,1	34,8	±1,0	0,765	±0,036
15	3	10	5	2	14,2	±1,6	34,4	±2,1	0,844	±0,200
16	1	10	3	14	14,1	±1,2	20,3	±1,2	1,248	±0,144
17	1	10	3	2	20,3	±1,1	36,2	±0,4	0,984	±0,030
18	3	5	1	8	11,7	±2,4	24,1	±2,2	1,024	±0,365
19	3	15	1	8	13,4	±0,5	28,6	±0,4	0,907	±0,300
20	5	10	1	8	9,9	±0,3	16,5	±0,6	3,269	±0,254
21	3	5	3	2	11,7	±1,7	19,6	±2,8	1,602	±0,155
22	3	10	3	8	13,2	±1,7	31,6	±0,8	0,809	±0,103
23	3	5	3	14	13,8	±1,5	33,2	±3,0	1,066	±0,203
24	3	10	5	14	13,5	±0,2	32,7	±2,8	0,991	±0,298
25	3	10	1	14	12,6	±1,5	32,6	±1,1	0,698	±0,095
26	5	15	3	8	8,3	±1,7	10,0	±0,5	1,027	±0,654
27	3	15	3	14	9,5	±1,4	13,0	±1,6	2,218	±0.599

Tableau IV.7 : Modèles statistiques résumant les réponses mécaniques en termes de contrainte, déplacement et module de Young pour les tests de compression.

Source	**Std. Dev.**	**R^2**	**Adjusted R^2**	**Predicted R^2**	**PRESS**	**Remarques**
Contrainte de compression						
Linear	1,5500	0,8405	0,8115	0,7487	16,3959	
2FI	0,8504	0,9651	0,9433	0,8888	24,1342	
Quadratic	0,5846	0,9876	0,9732	0,9287	32,6304	**Suggéré**
Cubic	0,0997	0,9999	0,9992	0,9827	151,7389	**Aliasé**
Déplacement ultime à la compression						
Linear	0,3332	0,2809	0,1501	-0,0884	3,70	
2FI	0,2730	0,6491	0,4298	0,0327	3,29	
Quadratic	0,0851	0,9702	0,9446	0,8708	0,3489	**Suggéré**
Cubic	0,0920	0,9900	0,9352	-0,4359	4,88	**Aliasé**
Module de Young de compression						
Linear	6,97	0,4020	0,2933	0,0790	6,2655	
2FI	6,07	0,6697	0,4632	0,0062	7,7886	
Quadratic	1,95	0,9745	0,9447	0,8529	20,7772	**Suggéré**
Cubic	0,24	0,9999	0,9992	0,9814	129,0490	**Aliasé**

Tableau IV.8 : Analyse ANOVA pour le modèle quadratique évaluant la contrainte de compression.

.Type de test	Contrainte de compression					
Source	**Sum of Squares**	**df**	**Mean Square**	**F-value**	**P-value**	**Remarques**
Modelés	327,25	14	23,38	68,39	< 0,0001	Significatif
A- fraction Fibres	265,08	1	265,08	775,54	< 0,0001	Significatif
B-Longueur (mm)	0,0675	1	0,0675	0,1975	0,6647	Non-Significatif
C-NaOH (%)	6,29	1	6,29	18,41	0,0010	Significatif
D-temps (h)	7,07	1	7,07	20,68	0,0007	Significatif
AB	0,0900	1	0,0900	0,2633	0,6172	Non-Significatif
AC	12,96	1	12,96	37,92	< 0,0001	Significatif
AD	13,69	1	13,69	40,05	< 0,0001	Significatif
BC	1,56	1	1,56	4,57	0,0538	Non-Significatif
BD	12,96	1	12,96	37,92	< 0,0001	Significatif
CD	0,0090	1	0,0090	0,0264	0,8736	Non-Significatif
A^2	0,4948	1	0,4948	1,45	0,2521	Non-Significatif
B^2	0,6241	1	0,6241	1,83	0,2015	Non-Significatif
C^2	2,68	1	2,68	7,85	0,0160	Significatif
D^2	1,35	1	1,35	3,95	0,0701	Non-Significatif
Residual	4,10	12	0,3418			
Lack of Fit	4,10	10	0,4102			
Pure Error	0,0000	2	0,0000			
Cor Total	331,35	26				
Fit Statistics	**Std Dev = 0,5846**			**R^2= 0,9876**		
	Mean = 13,00			**Adjusted R^2 =** 0,9732		
	C.V. %4,5			**Predicted R^2 =** 0,9287		
				Adeq Precision = 32,6304		

Tableau IV.9 : Analyse ANOVA pour le modèle quadratique évaluant le déplacement ultime à la compression.

Type de test	**Déformation à la compression**					
Source	**Sum of Squares**	**df**	**Mean Square**	**F-value**	**p-value**	**Remarques**
Model	3,33	14	0,2375	39,45	< 0,0001	Significatif
A-Fiber fraction	0,2880	1	0,2880	47,84	< 0,0001	Significatif
B-Fiberlength	0,6012	1	0,6012	99,87	< 0,0001	Significatif
C-NaOH	0,0258	1	0,0258	4,28	0,0608	Non-Significatif
D-Time	0,0393	1	0,0393	6,53	0,0252	Non-Significatif
AB	0,6610	1	0,6610	109,79	< 0,0001	Significatif
AC	0,0504	1	0,0504	8,37	0,0135	Non-Significatif
AD	0,1989	1	0,1989	33,04	< 0,0001	Significatif
BC	0,0408	1	0,0408	6,78	0,0231	Non-Significatif
BD	0,2343	1	0,2343	38,91	< 0,0001	Significatif
CD	0,0658	1	0,0658	10,93	0,0063	Non-Significatif
A^2	0,6080	1	0,6080	100,98	< 0,0001	Significatif
B^2	0,5616	1	0,5616	93,29	< 0,0001	Significatif
C^2	0,0033	1	0,0033	0,5427	0,4755	Non-Significatif
D^2	0,0410	1	0,0410	6,80	0,0229	Non-Significatif
Residual	0,0722	12	0,0060			
Lack of Fit	0,0722	10	0,0072			
Pure Error	0,0000	2	0,0000			
Cor Total	3,40	26				
Fit Statistics	**Std.Dev** = 0,0776			**R^2** = 0,9787		
	Mean = 1,13			**Adjusted R^2** = 0,9539		
	C.V. % = 6,86			**Predicted R^2** = 0,8775		
				AdeqPrecision = 27,9485		

Tableau IV.10. : Analyse ANOVA pour le modèle quadratique évaluant le module de Young de compression.

Test Type	**Module de Young de compression**					
Source	**Sum of Squares**	**df**	**Mean Square**	**F-value**	**P-value**	**Remarques**
Model	1739,82	14	124,27	32,71	< 0,0001	Significatif
A-Fiber fraction	582,41	1	582,41	153,32	< 0,0001	Significatif
B-Fiber length	62,11	1	62,11	16,35	0,0016	Significatif
C-NaOH %	70,57	1	70,57	18,58	0,0010	Significatif
D-Time h	2,61	1	2,61	0,6880	0,4231	Non-Significatif
AB	1,69	1	1,69	0,4449	0,5174	Non-Significatif
AC	16,40	1	16,40	4,32	0,0598	Non-Significatif
AD	264,06	1	264,06	69,51	< 0,0001	Significatif
BC	34,81	1	34,81	9,16	0,0105	Significatif
BD	152,52	1	152,52	40,15	< 0,0001	Significatif
CD	8,41	1	8,41	2,21	0,1626	Non-Significatif
A^2	176,08	1	176,08	46,35	< 0,0001	Significatif
B^2	200,63	1	200,63	52,82	< 0,0001	Significatif
C^2	57,79	1	57,79	15,21	0,0021	Significatif
D^2	47,07	1	47,07	12,39	0,0042	Significatif
Residual	45,58	12	3,80			
Lack of Fit	45,58	10	4,56			
Pure Error	0,0000	2	0,0000			
Cor Total	1785,40	26				
Fit Statistics	**Std Dev = 1,95**			**R^2= 0,9745**		
	Mean = 26,46			**Adjusted R^2** = 0,9447		
	C.V. %7,37			**Predicted R^2** = 0,8529		
				Adeq Precision = 20,7772		

Les réponses prédites représentées par la variable (Y), adaptées par le modèle de régression quadratique ANOVA pour la contrainte de compression (Y_4), pour le déplacement

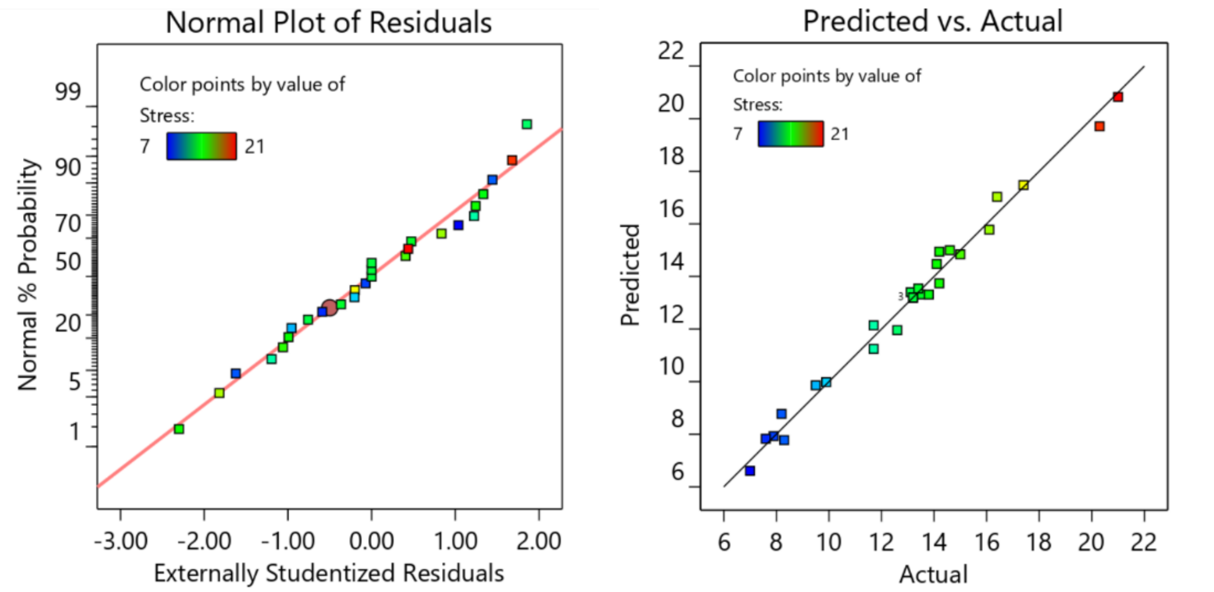
$$Y_{4\,(\text{contrainte de compression})} = 13{,}20 - 4{,}70\times A + 0{,}724\times C - 0{,}767\times D - 1{,}80\times AC + 1{,}85\times AD - 1{,}80\times BD + 0{,}709\times C^2 \qquad (\text{IV.4})$$

$$Y_{5\,(\text{Déplacement})} = 0{,}8090 + 0{,}1549\,A - 0{,}2238\,B + 0{,}0463\,C - 0{,}0573\,D - 0{,}4065\,AB - 0{,}1123\,AC - 0{,}2230\,AD - 0{,}1010\,BC + 0{,}2420\,BD + 0{,}1283\,CD + 0{,}3376\,A^2 + 0{,}3245\,B^2 - 0{,}0247\,C^2 + 0{,}0876\,D^2 \qquad (\text{IV.5})$$

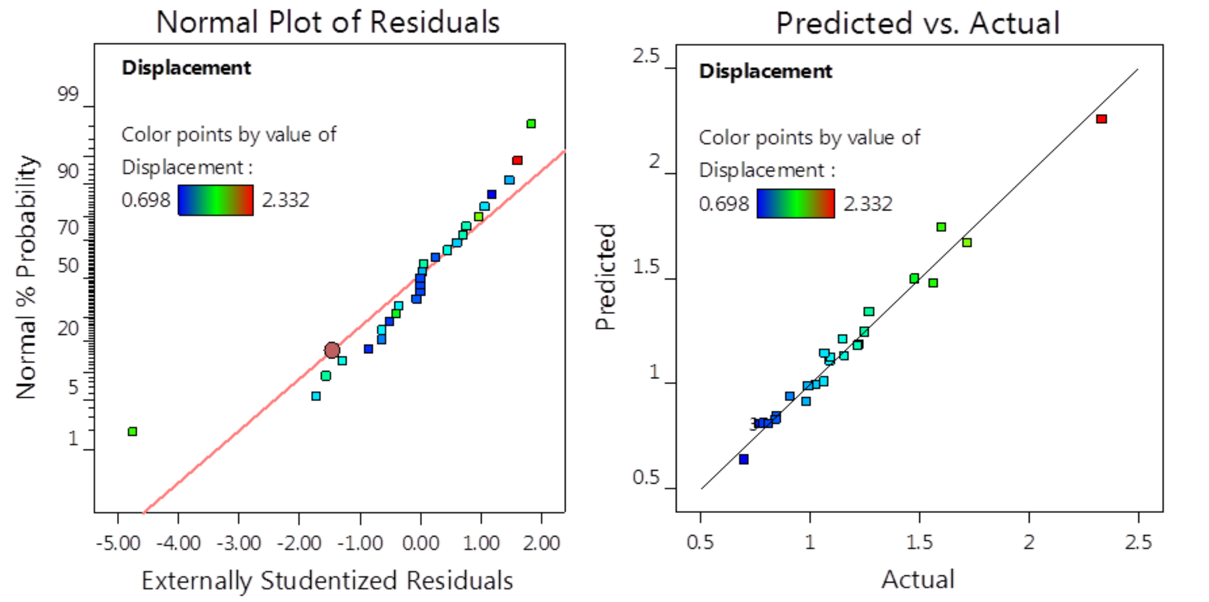
$$Y_{6\,(\text{Module de compression})} = 31{,}6 - 6{,}966\times A - 2{,}275\times B + 2{,}425\times C + 8{,}125\times AD - 2{,}95\times BC + -6{,}175\times BD - 5{,}746\times A^2 - 6{,}133\times B^2 + 3{,}292\times C^2 - 2{,}971\times D^2 \qquad (\text{IV.6})$$

ultime à la compression (Y_5), et pour le module de Young à la compression (Y_6) ont été évalués en utilisant le logiciel Design-Expert représentée par les équations suivantes :

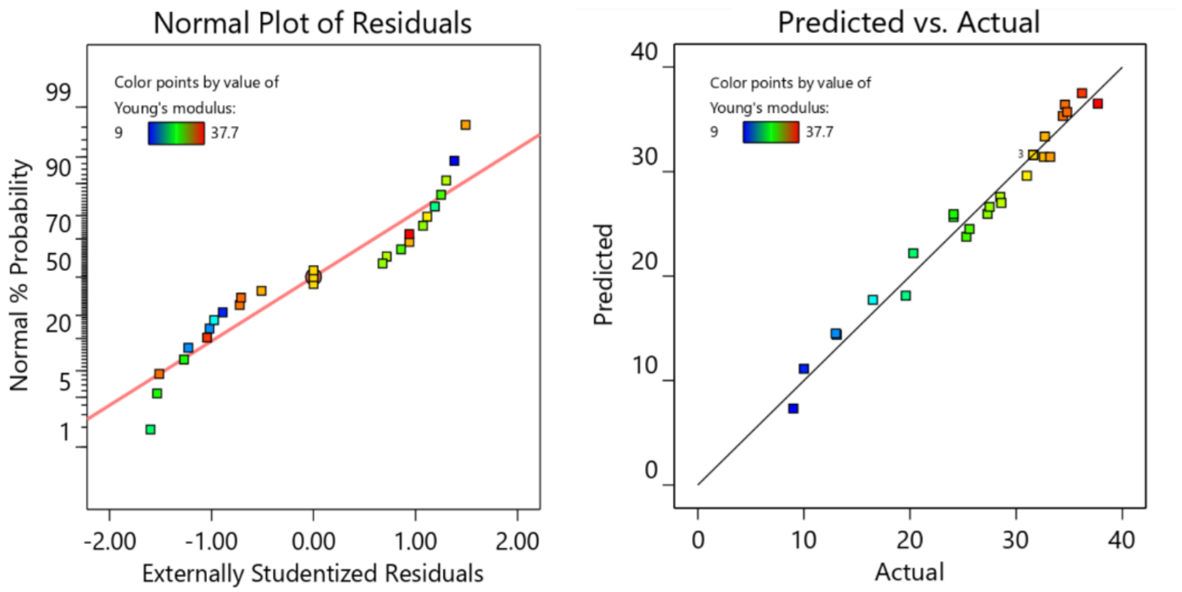
Les tracés de la corrélation entre les réponses prédites par rapport aux valeurs obtenus expérimentalement sont également d'une importance essentielle pour valider la pertinence et la qualité des modèles quadratiques des bio-mortiers élaborés testés en compression. La précision des modèles a été examinées à travers les graphiques de la figure IV.4. Ces représentations montrent les valeurs réelles et celles prédites, en termes de contrainte de compression, déplacement ultime et module de Young, où les points sont répartis autour d'une droite le long de la diagonale, ce qui signifie que les valeurs prédites par les modèles sont parfaitement pertinentes. Le tracé du normal des valeurs de résidus par rapport aux valeurs prédites, et ceux des contraintes de compression (Figure IV.4.a), des déplacements ultimes (Figure IV.1.b), et des module de Young (Figure IV.1.c), montre une concentration de valeurs alignées du résidu, indiquant une distribution normale des erreurs, montrant ainsi une variabilité régulière des données.


Normal Plot of Residuals
Color points by value of
Stress:
7
21
Normal % Probability
99
90
70
50
20
5
1
-3.00
-2.00
-1.00
0.00
1.00
2.00
Externally Studentized Residuals
Predicted vs. Actual
Color points by value of
Stress:
7
21
Predicted
22
20
18
16
14
12
10
8
6
Actual

-a-


Normal Plot of Residuals
Displacement
Color points by value of
Displacement :
0.698
2.332
Normal % Probability
99
90
70
50
20
5
1
-5.00
-4.00
-3.00
-2.00
-1.00
0.00
1.00
2.00
Externally Studentized Residuals
Predicted vs. Actual
Displacement
Color points by value of
Displacement :
0.698
2.332
Predicted
2.5
2
1.5
1
0.5
Actual

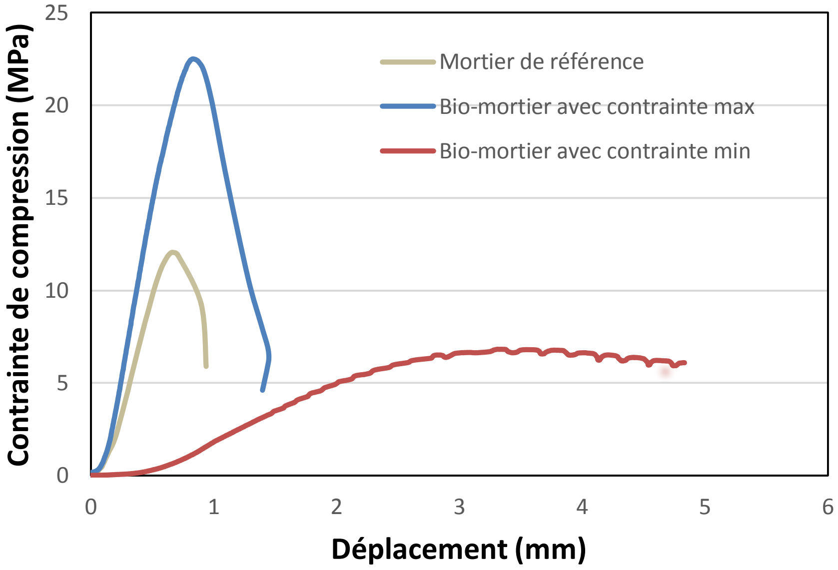
-b-



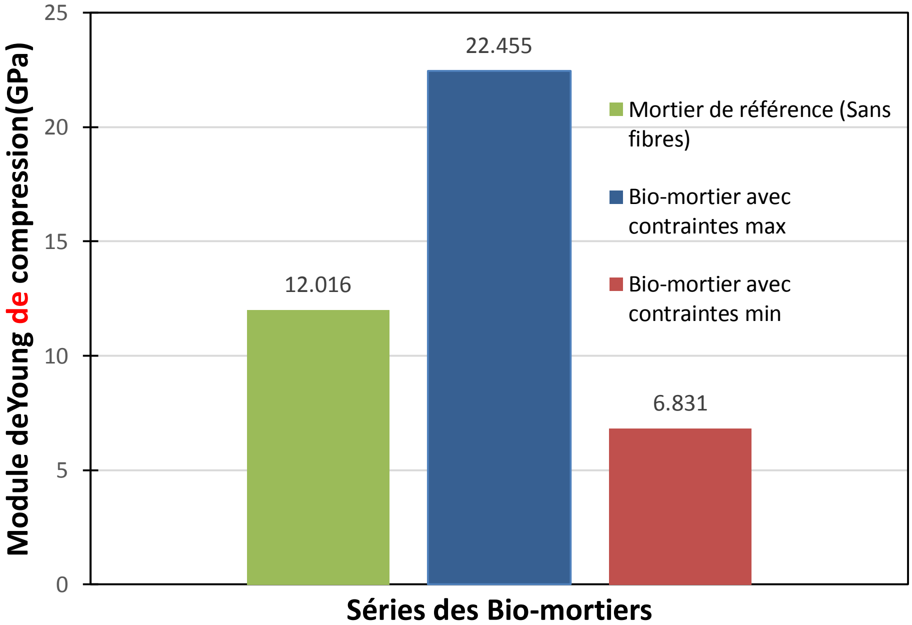
-c-

Figure IV.4: Graphiques probabilistes des résultats expérimentaux par rapport à ceux prédits par le modèle mathématique des essais de compression : a) contrainte, b) déplacement ultime et c) module de Young.

La figure IV.5 montre les cas extrêmes de l'effet du renforcement des FMPD dans le mortier par rapport au celle de référence. Le bio-mortier présentant les meilleures propriétés mécaniques aux tests de compression, a été obtenu pour une teneur en fibres de 1 %, une longueur de 10 mm, traité avec 5 % NaOH pendant 8 h. Ce mortier permet d'avoir des valeurs moyennes de la contrainte et du module de Young respective de 21,0 MPa et 37,7 GPa, entrainant ainsi des augmentations respectives de 87,5% et 57,1 % par rapport au mortier de référence (non renforcé). En revanche, un mortier renforcé avec 5 % de fibres avec longueur de 10 mm, traité avec 3 % de NaOH pendant 2 h a conduit à une contrainte et un module de compression les plus faibles enregistrant respectivement les valeurs de 7,7 MPa, et 9,0 GPa, donnant ainsi des réductions respectives de 31,25 % et 62,5% (Figure IV.5.b) par rapport au mortier de référence. Par contre, une augmentation du déplacement ultime à la compression est pratiquement observée sur la courbe contrainte/déformation de la figure IV.5.a, ceci est dû à la ductilité provoquée par l'augmentation de la fraction massique des FMPD dans le mortier.



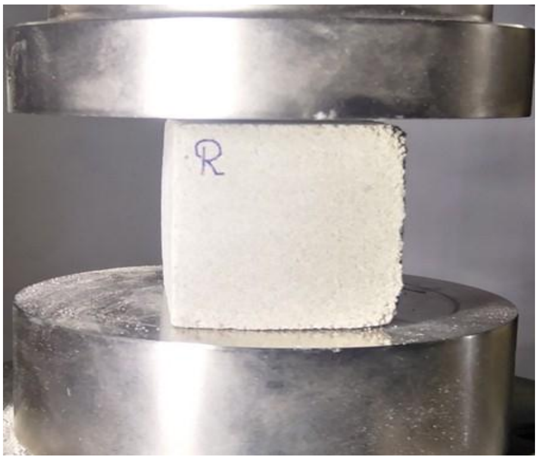
-a-



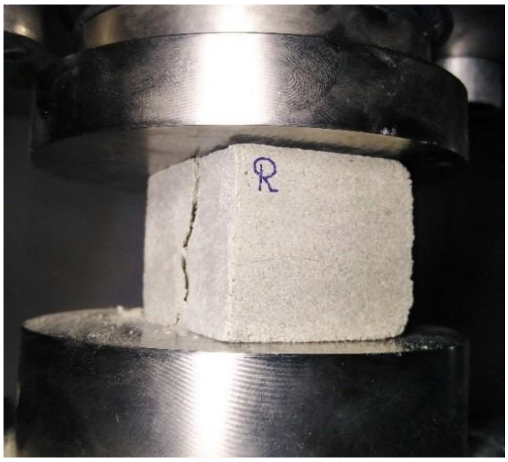
-b-

Figure IV.5: Comparaison des propriétés mécaniques extrêmes en compression des bio-mortiers par rapport à celle de mortier référence pour : a) Contrainte et b) Module de Young.

La figure IV.6 représente les différents mécanismes d'endommagement des mortiers extrêmes comparés au mortier de référence.

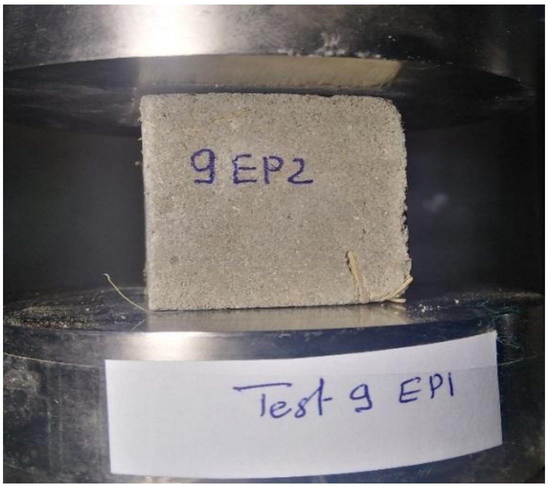


σ = 11,2 MPa et E = 24,0 GPa

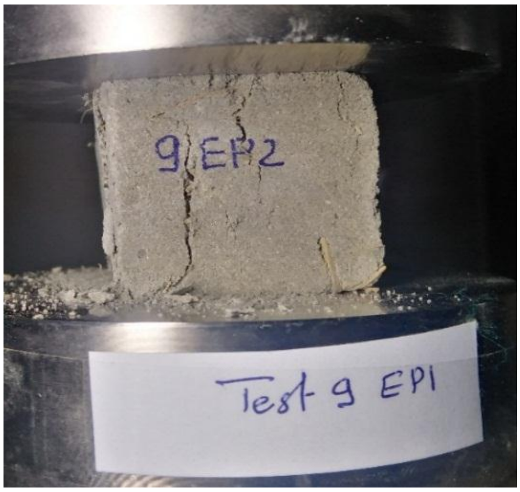


Endommagemenr du mortier de référence

(a)



σ = 21,0 MPa et E = 37,7 GPa



Endommagement des bio-mortier ayant les meilleures réponses

(b)



σ = 7,7 MPa et E = 9,0 GPa



Endommagement des bio-mortier ayant les mauvaises réponses

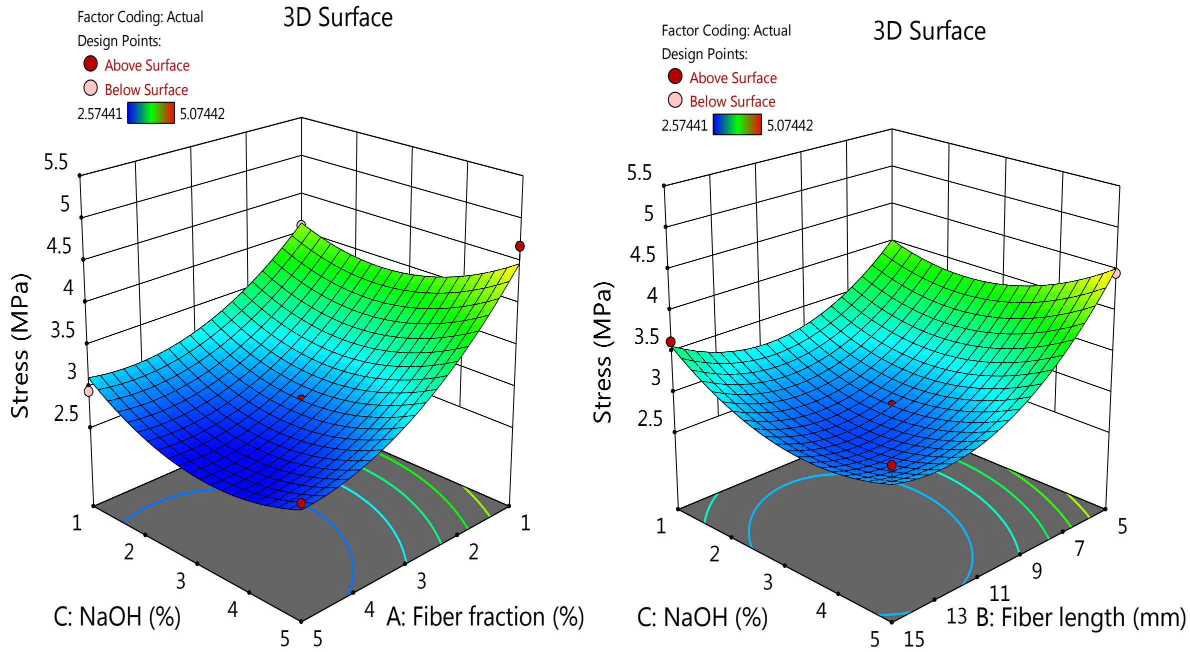
Figure IV.6: Mécanismes d'endommagement des échantillons testés en compression pour : a) Mortier de référence, b) bio-mortier avec la meilleure réponse mécanique et c) bio-mortier avec la plus mauvaise réponse mécanique.

Selon la figure IV.5 comparée à la figure IV.6, il est possible d'observer que l'augmentation de la teneur en FMPD dans le bio-mortier favorise des déformations plus importantes (ductilité plus élevée des éprouvettes) contrairement au comportement fragile observé dans le mortier de référence.

IV.2.3 Analyse des surfaces de réponse 3D des résultats obtenus pour l'essai de flexion

Une analyse des surfaces de réponse 3D appelée encore RSM a été effectuée pour illustrer les effets d'interaction binaires des paramètres d'entrée (d'élaborations) sur les propriétés mécaniques des bio-mortiers (paramètre de sortie). À cet effet, les figures IV.7, IV.8 et IV.9 montrent respectivement les réponses en termes de contrainte, déplacement et module de flexion 3-points pour les différents bio-mortiers développés. Avec le logiciel Design expert 12, six combinaisons d'interactions en tous pour le test de flexion 3-points ont été statistiquement déduites selon le modèle quadratique proposé précédemment.

Trois combinaisons d'interaction binaires entre les facteurs CA, CB et DB pour la contrainte de flexion (Figure IV.7) sont également confirmés par l'équation (IV.1), une interaction binaire CB pour le déplacement ultime à la flexion (Figure IV.8) qui est confirmé par l'équation (IV.2). De plus, deux combinaisons d'interactions binaires entre les facteurs AC et BC sur le module de Young (Figure IV.9) qui sont confirmées par l'équation (IV.3).



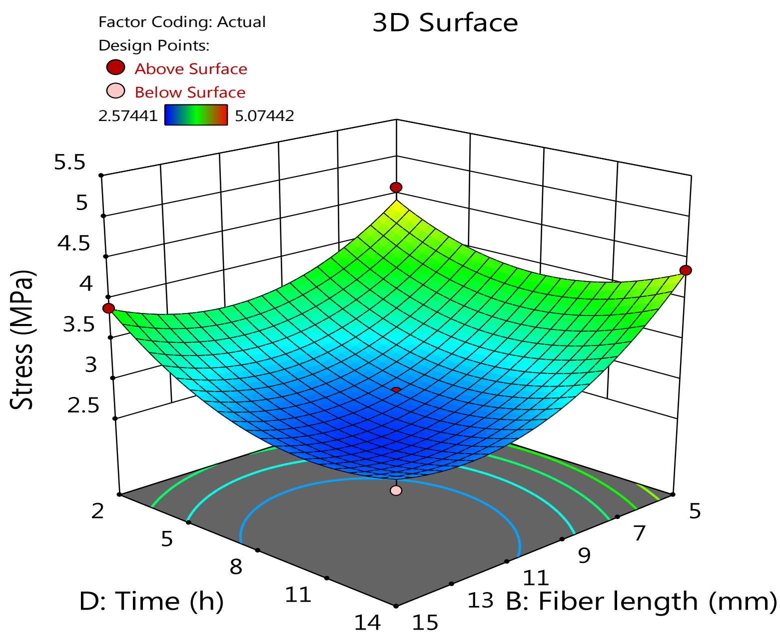


Figure IV.7: Diagrammes de surface de réponse 3D pour les effets d'interaction binaire des paramètres d'élaborations du bio-mortier sur la contrainte de flexion 3-points.

La réponse de l'essai de flexion 3-points en termes de contrainte, issue des combinaisons des paramètres d'élaboration, enregistre des valeurs maximales toutes de l'ordre de 4,5 MPa. Ils ont été obtenus pour des bio-mortiers renforcés avec : 1% de FMPD traité avec 5% de NaOH, avec une longueur de fibre de 5 mm traitée avec 5% de NaOH, et avec une longueur de fibre de 5 mm traitée pendant 2 heures (Figure IV.7). Il est important de noter que les paramètres A (teneur en fibres en %) et B (longueur des fibres) sont les plus dominants en termes d'augmentation de la résistance (contrainte) à la flexion.

La figure IV.8 permet de déterminer l'impact tridimensionnel le plus significatif des deux paramètres d'élaborations CB combinés sur le déplacement en flexion 3-points. Le déplacement le plus élevé est déterminé pour un bio-mortier ayant une longueur maximale de fibres de 15 mm traités avec 5 % de NaOH dont la valeur obtenue du déplacement est de l'ordre de 0,58 mm.

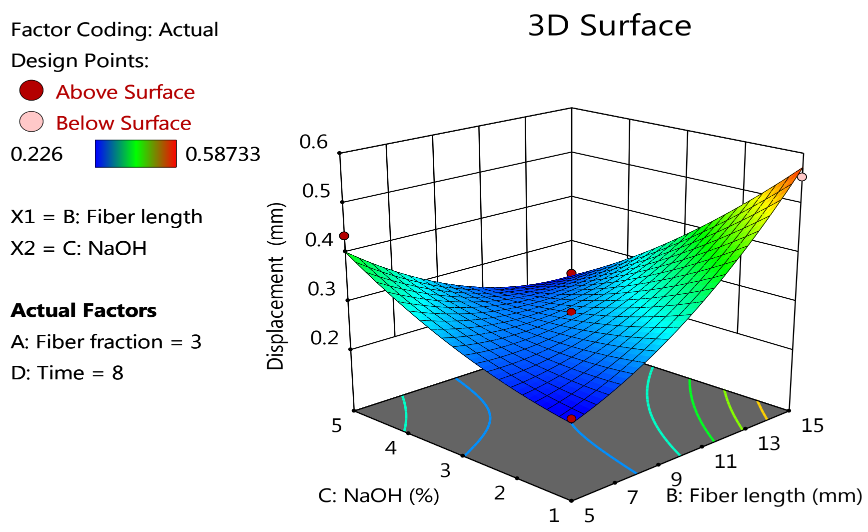
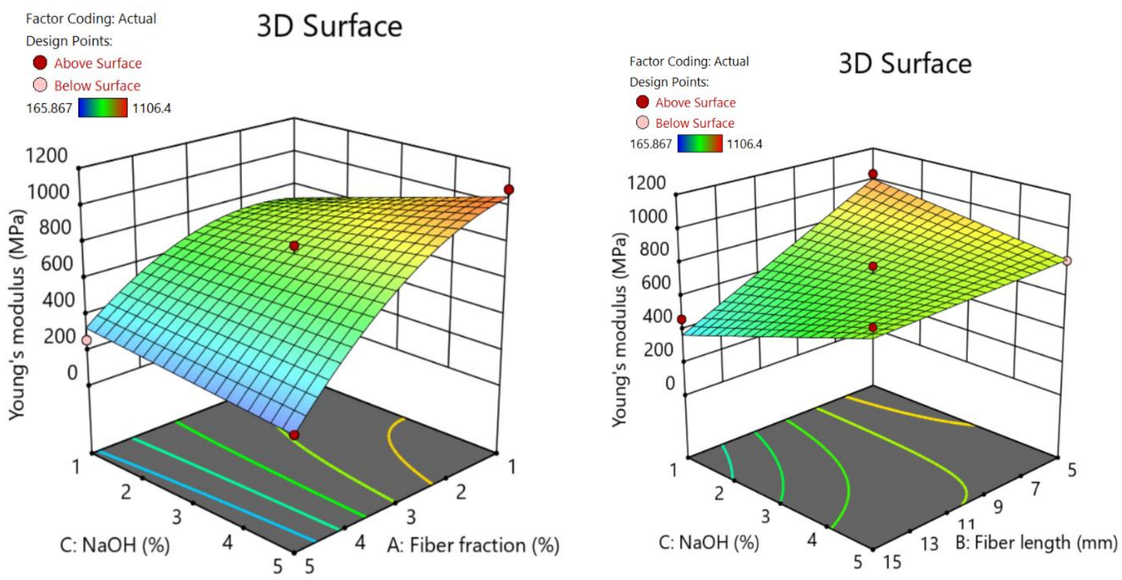


Figure IV.8: Diagrammes de surface de réponse 3D pour l'effet d'interaction binaire des paramètres d'élaborations du bio-mortier pour le déplacement en flexion 3-points

La figure IV.9 permet de déterminer les effets d'interactions binaires le plus significatif des quatre paramètres d'entrée (d'élaboration) combinés, en termes de AC et BC pour le module de Young de flexion. Les valeurs maximales enregistrées sont très proches et sont égales autour de 1036,0 MPa et 1022,9 MPa respectivement pour des bio-mortiers renforcés avec 1% de DPMF traité avec 5% de NaOH, et des longueurs de fibres de 5 mm traitées avec 1 % de NaOH



.

Figure IV.9: Diagrammes de surface de réponse 3D pour les effets d'interaction binaire des paramètres d'élaborations du bio-mortier pour le module de flexion 3-points.

IV.2.4 Analyse des surfaces de réponse 3D des résultats obtenus pour l'essai de compression

La performance mécanique des échantillons en bio-mortiers sous l'effet de l'essai de compression, permet la détermination des trois paramètres essentiels : contrainte, déplacement et module de Young à la compression. La méthode RSM vise à trouver les relations entre les quatre facteurs d'élaborations dépendants et indépendants impliqués dans cette étude. Dans ce contexte, l'analyse 3D a été effectuée pour visualiser les effets d'interactions binaires (voir paragraphe IV.2.1***)*** sur les réponses mécaniques précitées. À cet effet, les Figures IV.10, IV.11 et IV.12 montrent les réponses en termes de contrainte, déplacement et module de Young à la compression des différents bio-mortiers développés.

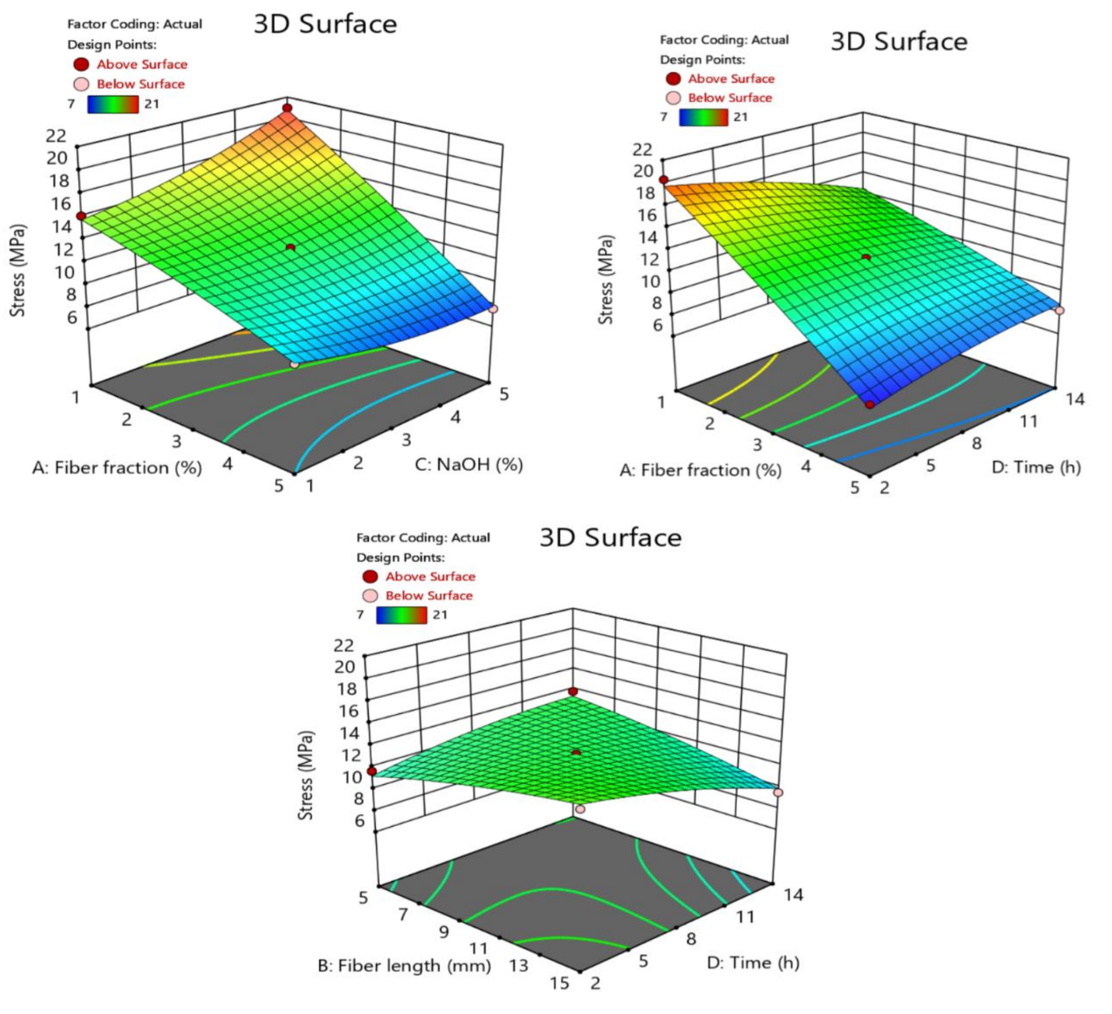


Figure IV.10 : Diagrammes de surface de réponse 3D pour les effets d'interaction binaires des paramètres de fabrication des bio-mortiers sur la contrainte en compression.

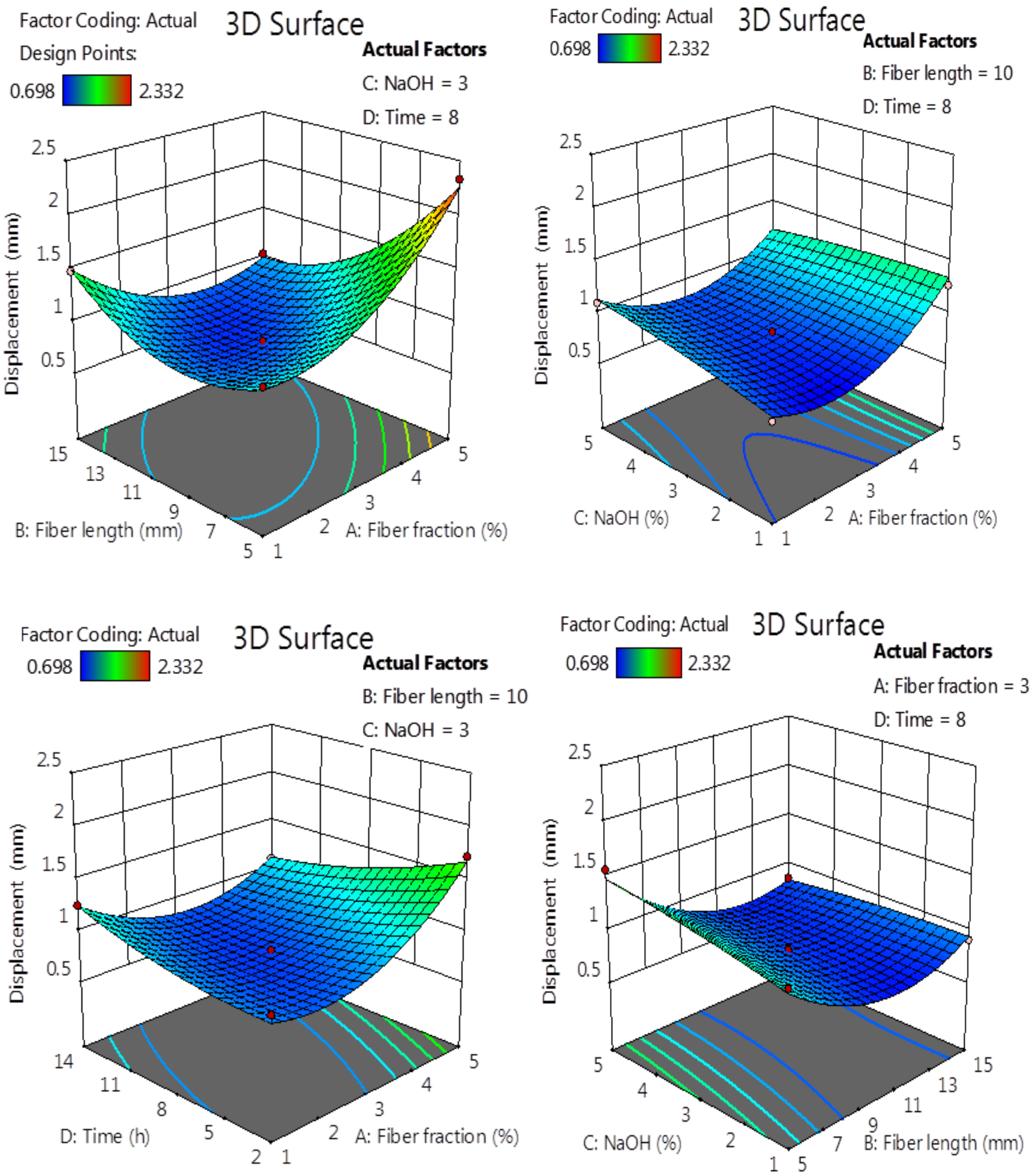


Figure IV.11 : Diagrammes de surface de réponse 3D pour les effets d'interaction binaire des paramètres de fabrication du bio-mortier sur le déplacement en compression

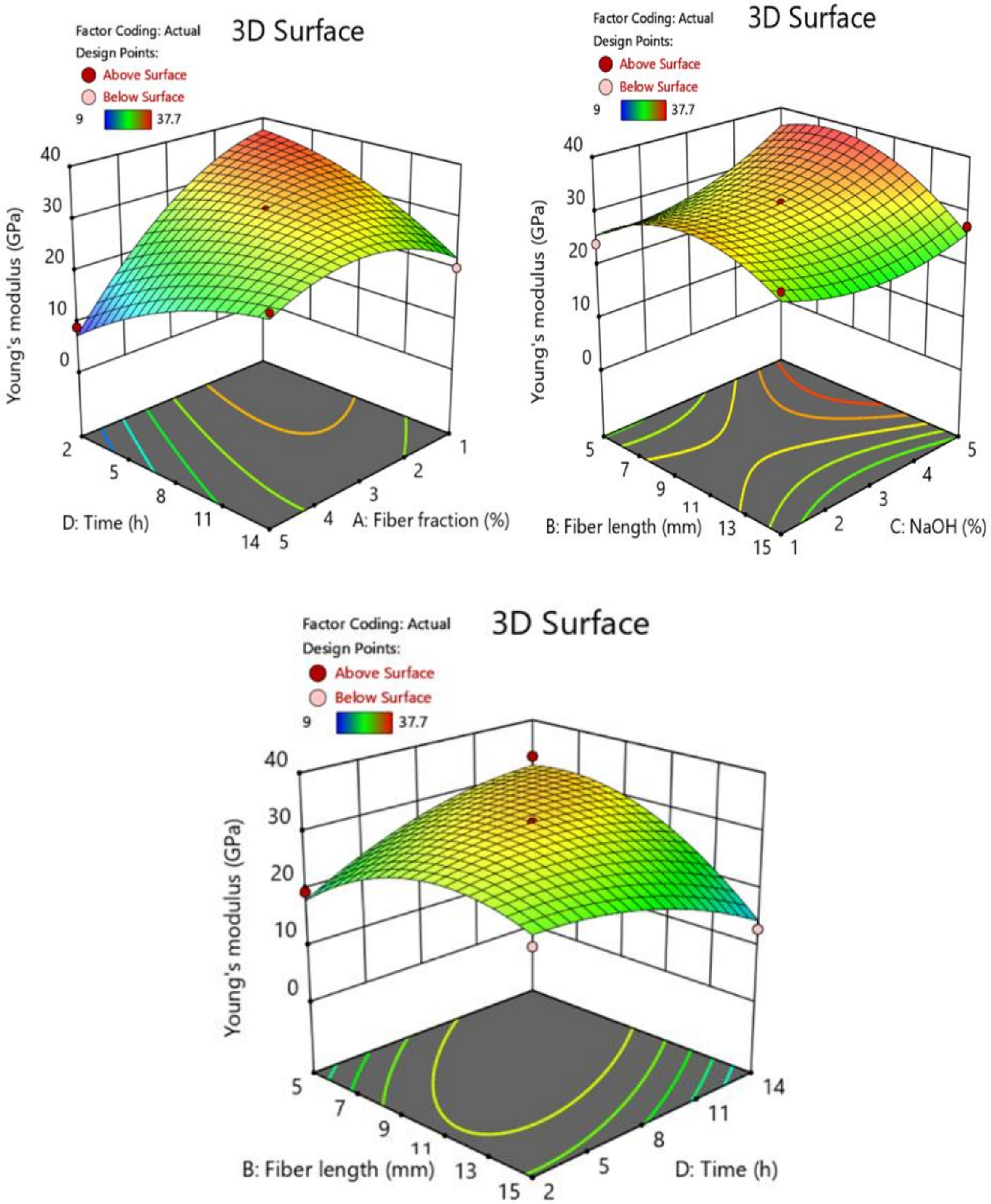


Figure IV.12: Diagrammes de surface de réponse 3D pour les effets d'interaction binaire des paramètres d'élaboration du bio-mortier sur le module de Young de compression.

IV.2.5 Tests d'optimisation et de confirmation des résultats

Afin d'optimiser les paramètres d'élaboration des bio-mortiers et de sélectionner l'ensemble des grandeurs de ces paramètres qui conduisent à la maximisation des propriétés mécaniques (contraintes, déplacement et de module de Young) en flexion 3-points ou en compression, la méthode de surface de réponse (RSM) a été utilisée. Quatre facteurs ont été rapportés dans le cadre de construction des indices de désirabilité, pour l'optimisation de : la teneur en fibres (A), la longueur des fibres (B), le pourcentage de NaOH (C) et le temps d'immersion (D). À partir des résultats expérimentaux obtenus dans les deux essais mécaniques réalisés, le tableau IV.11, confirmés par la figure IV.13, représente les valeurs ciblent des réponses pour les cas les plus optimaux. Les valeurs visées de la fonction de désirabilité étaient des valeurs proches de 1 (soit 92,27%) pour les deux types de tests (flexion 3-points et compression), elles sont sélectionnées comme les valeurs de paramètre les plus significatives par rapport aux facteurs de réponse.

La RSM à la tendance de rechercher, parmi une multitude de solutions, les 10 meilleurs cas conduisant à la maximisation des réponses, dans ce contexte, les valeurs de réponse les plus élevées enregistrées pour la contrainte à la flexion et le module de flexion sont respectivement égales à 6,6 MPa et 1120,6 MPa, qui devraient donner un déplacement de 0,49 mm (Tableau IV.11). Ils ont été obtenus pour un bio-mortier renforcé avec 1,056 % de FMPD, de longueur de fibre de 5,0 mm, traité avec 5,0 % de NaOH pendant 14,0 h. La fonction de désirabilité souhaitable conduit à avoir des valeurs maximales respectives de 21,22 MPa et 36,6 GPa obtenues pour la contrainte et le module de compression, pour un bio-mortier renforcé avec 1,01 % de FMPD ayant une longueur 5,0 mm et traité avec 5,0 % de NaOH pendant 2,9 h.

L'objectif fixé est d'optimiser les valeurs des quatre paramètres d'élaborations du bio-mortier afin d'avoir un bio-composite le plus performant, c'est-à-dire ayant les caractéristiques mécaniques les plus élevées. À cet effet, et pour confirmer les meilleurs résultats obtenus par le modèle de désirabilité, des essais de vérifications ont été réalisés. Pour ce faire, six éprouvettes de mortier renforcé avec 1,056 % de FMPD de longueur 5,0 mm, traité avec 5,0 % de NaOH pendant 14,0 heures (Tableau IV.11) ont été élaborés. Les résultats des tests en flexion 3-points, après 28 jours de durcissement, ont abouti aux valeurs moyennes de 6,2 MPa et 1075,3 MPa respectivement obtenus pour la contrainte et le module de Young.

Lorsque ces valeurs sont comparées à celles obtenues par le modèle de désirabilité, des différences d'environ 3,3 % et 3,8 % ont été obtenues respectivement. Par conséquent, le meilleur bio-mortier permet une augmentation de la contrainte à la flexion de 50,0 % par rapport aux mortiers de référence. (mortier non fibré).

Table IV.11: Dix meilleures solutions pour les paramètres d'élaboration des bio-mortiers avec leurs réponses correspondantes pour les tests de flexion et de compression.

N0	Fraction (%)	Longu-eur	NaOH (%)	Temps (h)	Contrainte (MPa)	Module de Young	Déplace -ment (mm)	Désirab-ilité	RQ
Tests de flexion 3-points									
1	**1,056**	**5,000**	**5,000**	**14,00**	**6,582**	**1120,575**	**0,487**	**0,927**	**Sélect**
2	1,000	5,000	5,000	13,76	6,608	1121,313	0,483	0,924	
3	1,004	5,000	5,000	13,65	6,584	1120,223	0,480	0,922	
4	1,188	5,000	5,000	13,92	6,413	1112,699	0,480	0,922	
5	1,000	5,192	5,000	13,92	6,545	1121,586	0,478	0,920	
6	1,000	5,000	5,000	13,51	6,566	1119,287	0,477	0,919	
7	1,000	5,249	4,992	13,99	6,526	1121,771	0,476	0,919	
8	1,000	5,082	4,803	14,00	6,479	1120,699	0,471	0,914	
9	1,000	5,356	4,973	14,00	6,464	1120,923	0,470	0,913	
10	1,074	5,000	5,000	13,30	6,443	1114,015	0,469	0,912	
Tests de compression									
1	**1,010**	**5,000**	**5,000**	**2,900**	**21,219**	**36,593**	**1,387**	**0,807**	**Sélect**
2	1,001	5,000	4,996	2,335	21,244	36,355	1,397	0,807	
3	1,026	5,000	5,000	2,573	21,161	36,455	1,393	0,807	
4	1,043	5,000	5,000	2,429	21,096	36,379	1,395	0,807	
5	1,017	5,000	5,000	3,368	21,193	36,744	1,380	0,807	
6	1,047	5,000	5,000	2,700	21,086	36,494	1,390	0,807	
7	1,042	5,000	5,000	3,067	21,104	36,639	1,384	0,807	
8	1,044	5,000	5,000	3,173	21,098	36,675	1,382	0,807	
9	1,042	5,000	5,000	3,310	21,106	36,720	1,380	0,807	
10	1,001	5,000	4,999	3,862	21,239	36,860	1,374	0,806	

D'autre part, les résultats obtenus par le modèle de désirabilité pour la contrainte et le module de Young de compression sont égaux à 21,2 MPa et 36,6 GPa, respectivement, qui sont presque les mêmes résultats expérimentaux obtenus lors de l'essai de compression (21,0 MPa pour la contrainte de compression et 37,7 pour module de compression), nous n'avons donc pas eu besoin de faire des tests de confirmation pour l'essai de compression.

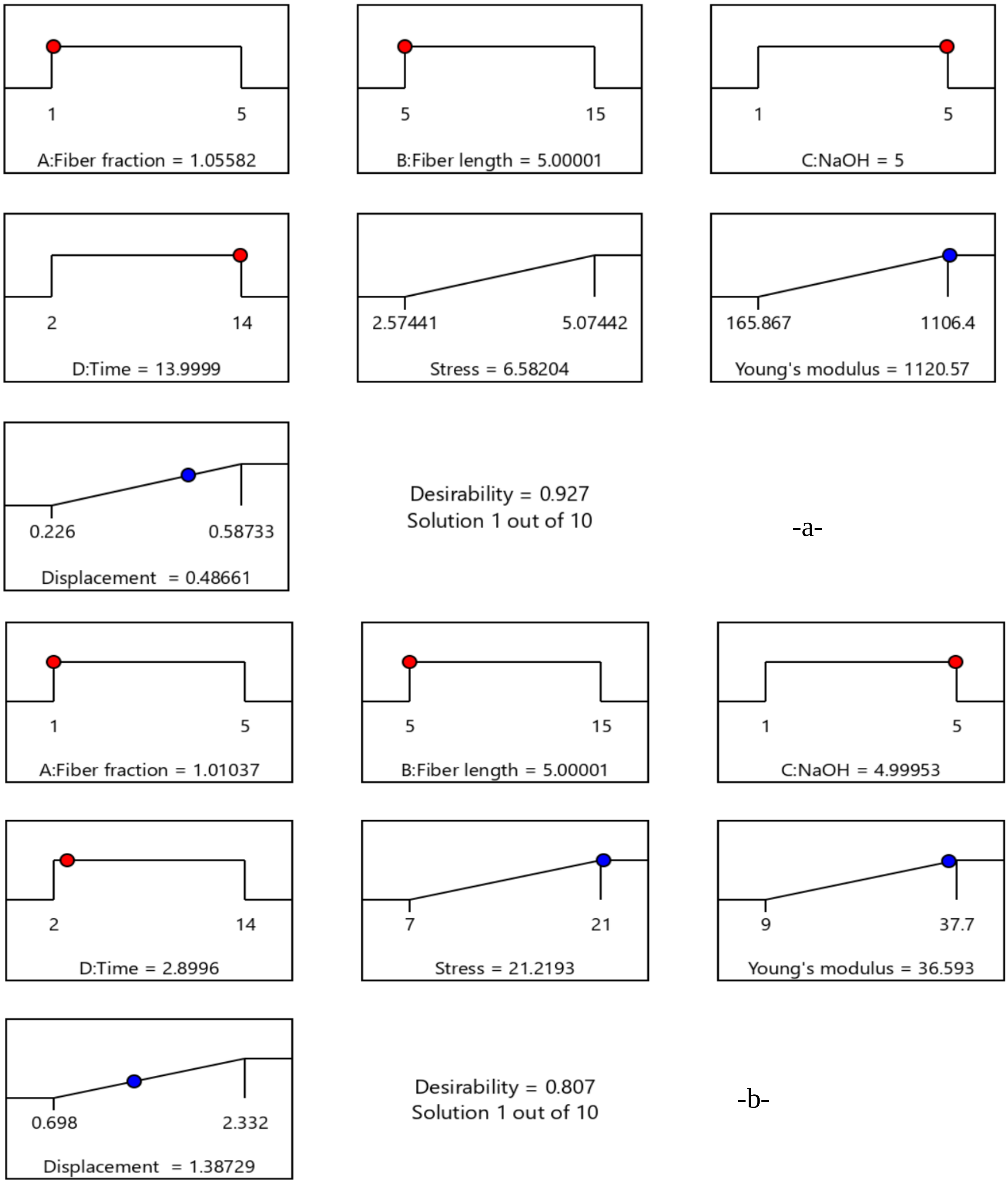
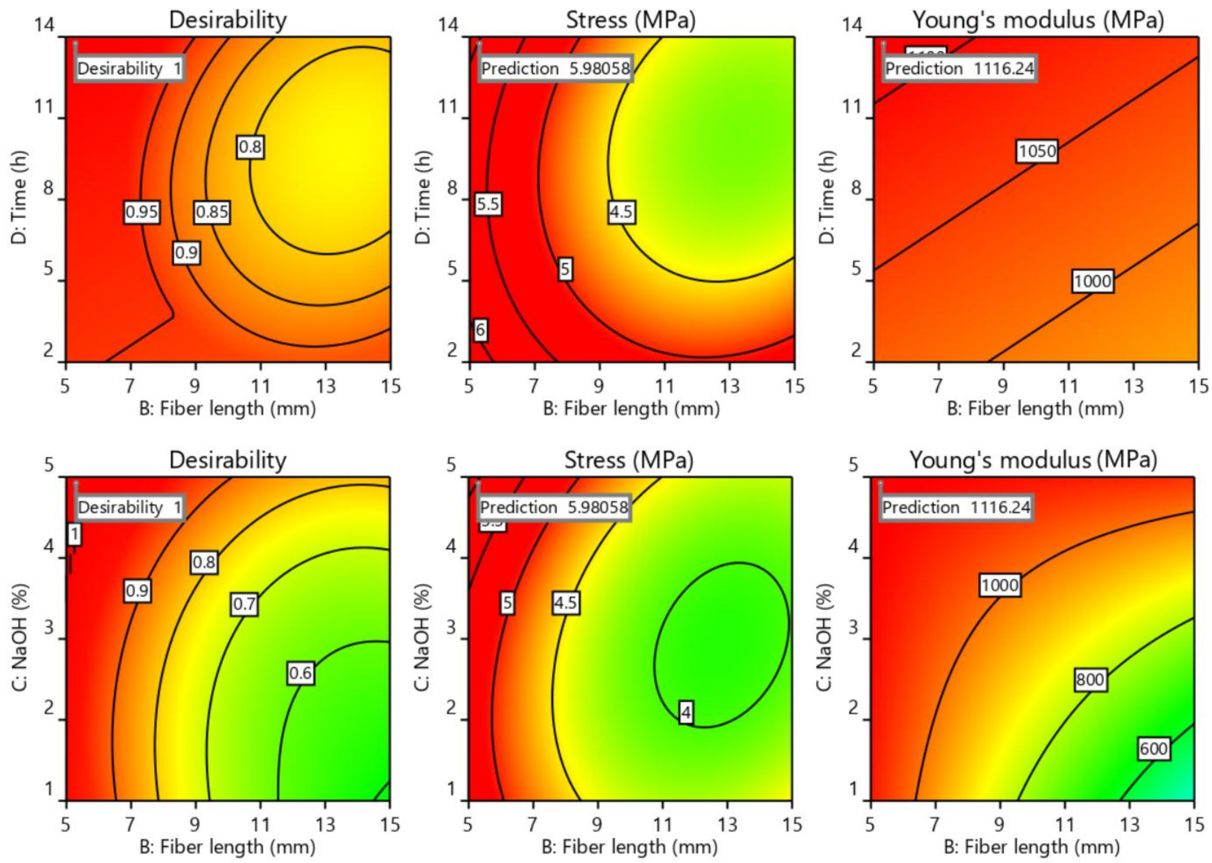
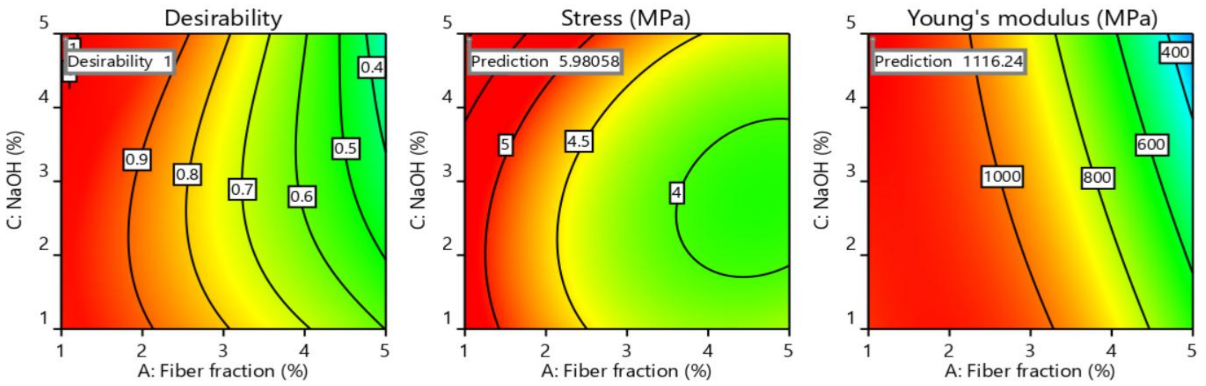


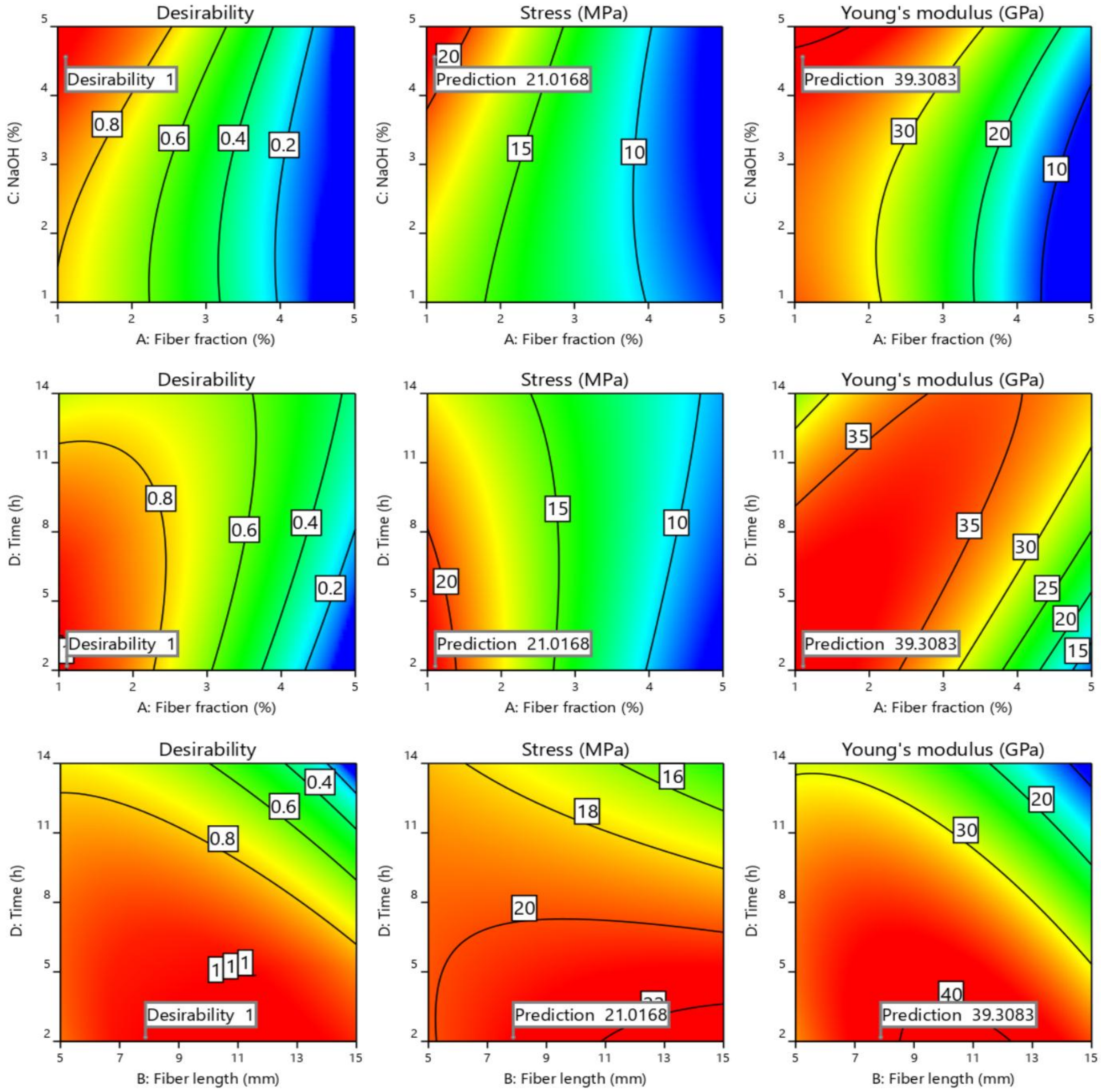
Figure IV.13: Conditions optimales sélectionnées pour les paramètres d'élaborations des bio-mortiers avec leurs réponses correspondantes sous l'essai de :
a) flexion 3-points et b) compression.

L'interaction entre les différents paramètres d'élaboration des bio-mortiers et son influence sur la contrainte et le module de flexion ou sur la contrainte et le module de compression sont illustrée respectivement sur les figures IV.14 et IV.15. Ces figures montrent les graphes de surface 2D, avec les lignes de contour pour les différentes combinaisons binaires entre les paramètres, selon les modèles de régression donnés par les équations (IV.1 et IV.3) et (IV.4 et IV.6) respectivement liés aux réponses des essais de flexion 3-points et de compression. Il est important de noter, qu'afin d'atteindre les caractéristiques mécaniques (contrainte et module de Young) maximale soit en flexion ou en compression, plusieurs représentations graphiques ont été analysées. Il a été constaté que l'incorporation de FMPD avec une fraction massique bien déterminée (Tableau IV.11), favorise des augmentations maximales jusqu'à 50,0 % et 20,0 %, respectivement, pour la contrainte et le module de flexion, et des augmentations de l'ordre de 46,6 % et 36,3 % respectivement pour la contrainte et le module de compression par rapport au mortier de référence (sans fibres).





(a)



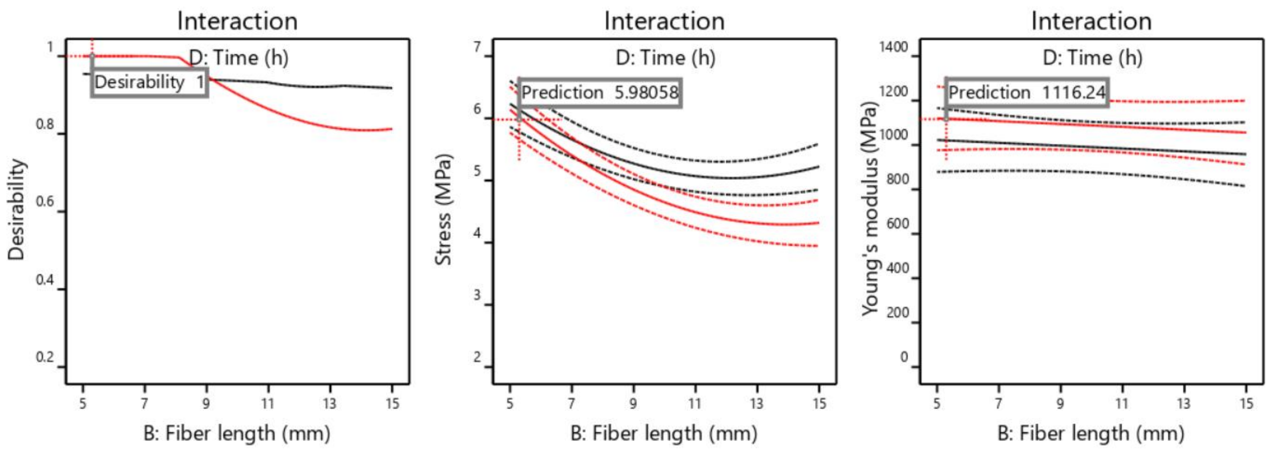
(b)

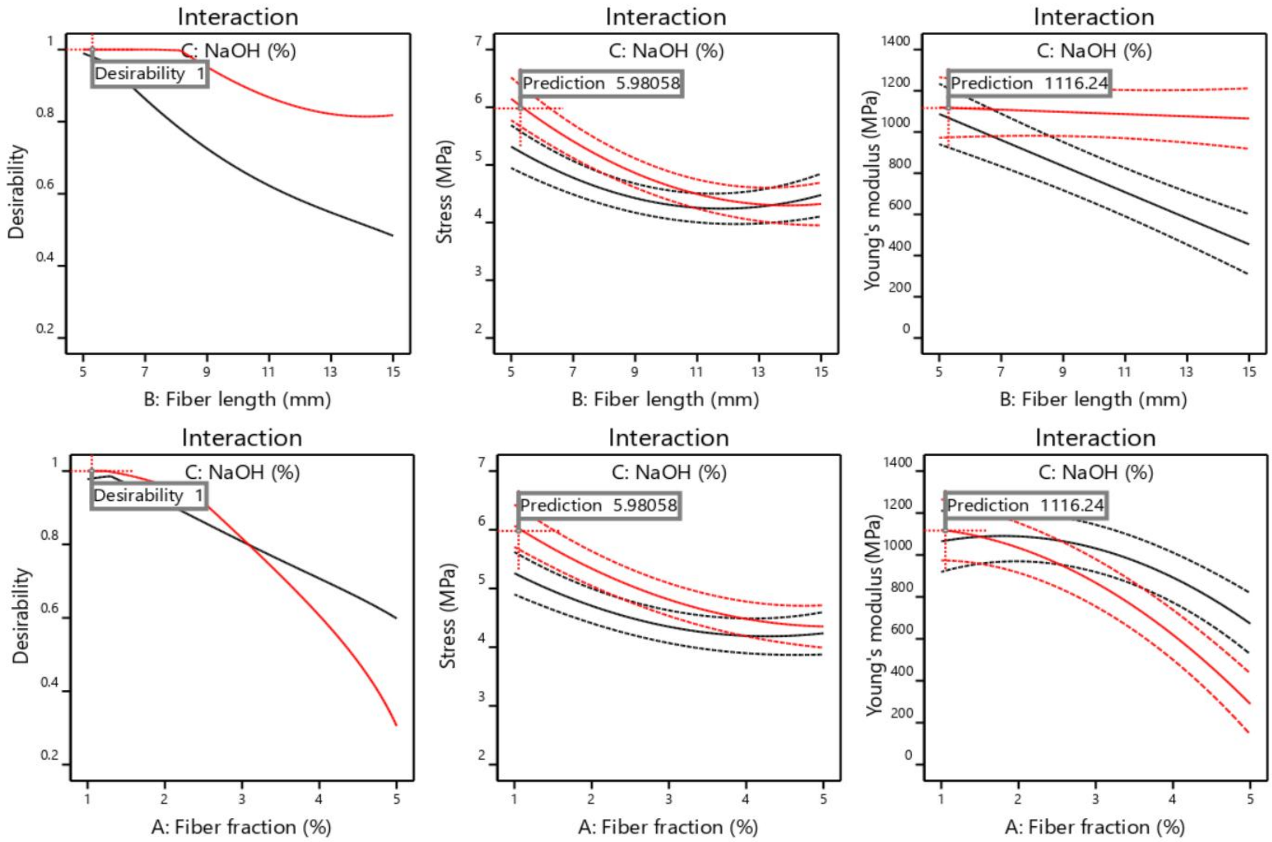
Figure IV.14 : Courbes 2D avec lignes de contour des interactions binaires entre les facteurs selon le modèle de régression quadratique pour les tests de : a) flexion et b) compression.

Dans cette étude, comme le montre la figure IV.15, l'analyse des valeurs obtenues à l'aide de la fonction de désirabilité, qui tend dans tous les cas vers 1, permet de déterminer les trois interactions factorielles binaires les plus significatives (AC, BC et BD) et celles qui visent à prédire les combinaisons qui maximisent la contrainte et le module de flexion trouvé égale respectivement à 6,6 MPa et 1120,6 MPa. Ces valeurs sont obtenues pour un bio-mortier renforcé avec 1,056 % de fibres ayant une longueur de 5,0 mm et traité avec 5,0% de NaOH pendant 14,0 h, correspondant à des augmentations respectives de 50,0% et 20,0% de la résistance et du module de flexion.

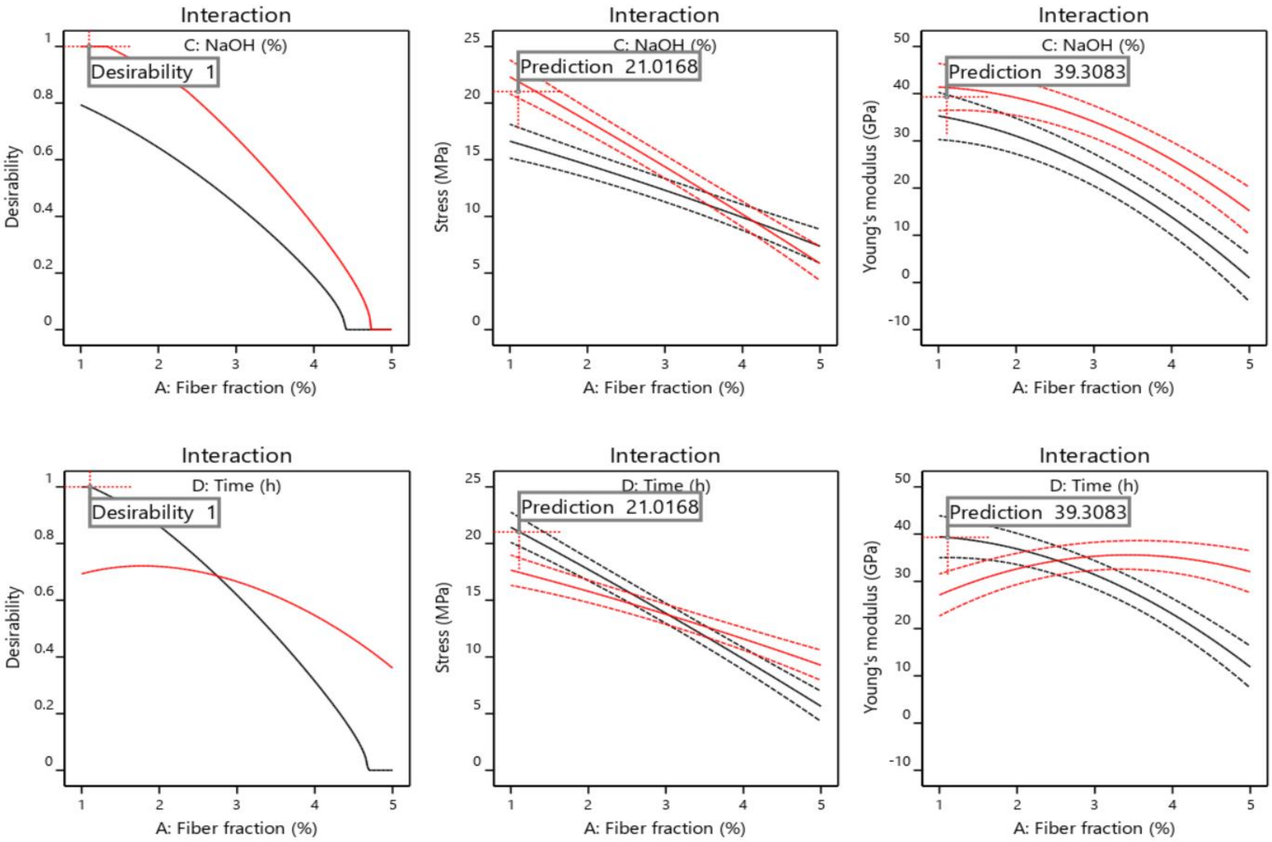
Les combinaisons qui permettent de maximiser la résistance à la compression et le module de compression (respectivement 21,2 MPa et 36,6 GPa) sont obtenues pour un bio-mortier renforcé avec 1,01% de fibres, longueur de fibre de 5,0 mm et traité avec 5,0% de NaOH pendant 2,9 h, qui correspond à une augmentation de 46,6 % et 36,3 % de la résistance à la compression et du module de compression, respectivement, par rapport au mortier de référence.

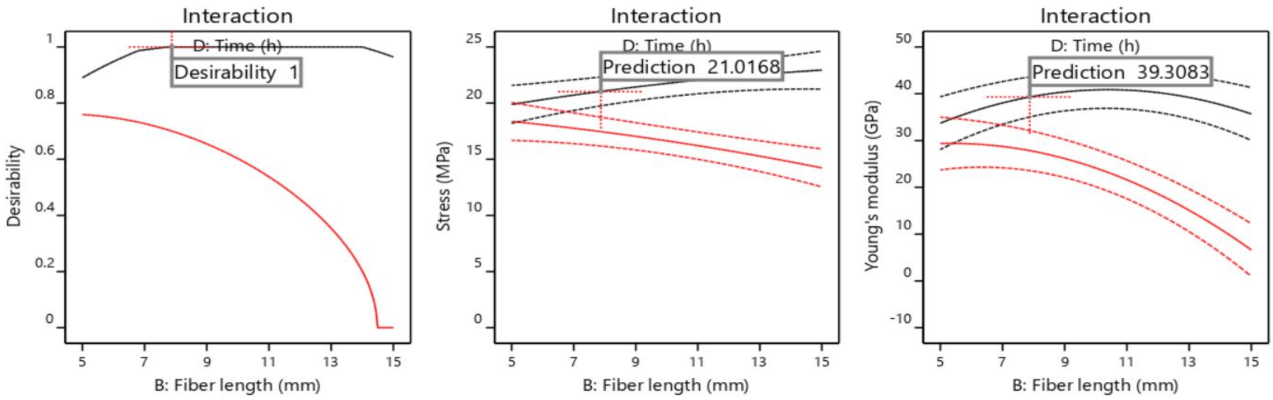
Un bon accord a été trouvé entre les résultats prévus et celles obtenues par Faesal *et al*. [133] ainsi que Yaghoobi et Fereidoon [134], en vérifiant la validité de la technique d'optimisation ainsi que le modèle utilisé.




Interaction
C: NaOH (%)
Desirability 1
Desirability
B: Fiber length (mm)
Interaction
C: NaOH (%)
Prediction 5.98058
Stress (MPa)
B: Fiber length (mm)
Interaction
C: NaOH (%)
Prediction 1116.24
Young's modulus (MPa)
B: Fiber length (mm)
Interaction
C: NaOH (%)
Desirability 1
Desirability
A: Fiber fraction (%)
Interaction
C: NaOH (%)
Prediction 5.98058
Stress (MPa)
A: Fiber fraction (%)
Interaction
C: NaOH (%)
Prediction 1116.24
Young's modulus (MPa)
A: Fiber fraction (%)

(a)


Interaction
C: NaOH (%)
Desirability 1
Desirability
A: Fiber fraction (%)
Interaction
C: NaOH (%)
Prediction 21.0168
Stress (MPa)
A: Fiber fraction (%)
Interaction
C: NaOH (%)
Prediction 39.3083
Young's modulus (GPa)
A: Fiber fraction (%)
Interaction
D: Time (h)
Desirability 1
Desirability
A: Fiber fraction (%)
Interaction
D: Time (h)
Prediction 21.0168
Stress (MPa)
A: Fiber fraction (%)
Interaction
D: Time (h)
Prediction 39.3083
Young's modulus (GPa)
A: Fiber fraction (%)



(b)

Figure IV.15 : Désirabilité des facteurs de fabrication en terme de : a) contrainte de flexion et module de flexion et b) contrainte de compression et module de compression.

IV.3 Conclusions

Le présent chapitre met l'accent sur les résultats expérimentaux obtenus lors de l'essai mécanique de flexion 3-points ou de compression des échantillons en bio-mortiers élaborés et renforcés de fibre de Mech de Palmier Dattier (FMPD). Ces résultats montrent que l'incorporation des FMPD dans le mortier peut améliorer de manière assez significative les propriétés mécaniques en termes de contrainte, déplacement et module de Young. Les meilleures valeurs expérimentales de ces propriétés sont respectivement égales à 5,1 MPa, 0,28 mm et 1106,4 MPa pour l'essai de flexion 3-points soit des augmentations de 27,5 %, 48% et 18,9 %, ont été obtenues comparée au mortier de référence. En revanche, l'essai de compression permet de donnée des valeurs maximum respectivement de 21,0 MPa, 1,093 mm et 37,7 GPa, soit des augmentations obtenues de 87,5 %, et 57,1 %, toujours comparée au mortier de référence.

Afin d'optimiser les propriétés précitées la plus haute possible, l'analyse ANOVA montre que les modèles quadratiques développés dans les deux essais, permettent de donner le meilleur choix des paramètres d'élaborations des mortiers renforcés de FMPD, conduisant à la maximisation de leurs caractéristiques mécaniques sous sollicitations de flexion ou de compression.

Des études statistiques faites par l'introduction de la fonction de désirabilité, permet de sélectionner les meilleures combinaisons parmi les 10 meilleures solutions pour obtenir la contrainte et le module de Young maximale soit de flexion ou de compression. Cependant une

augmentation significative des deux caractéristiques égale respectivement à 50,0% et 20,0% soit obtenues pour la flexion et des augmentations respectivement de 46,6 % et 36,3 % soit obtenues pour la compression, et ceux comparées au mortier de référence.

Finalement, l'analyse statistique par Box-Behnken (BBD) s'avère efficace et fiable, car elle permet de minimiser l'étude expérimentale conduisant à une bonne évaluation des caractéristiques mécaniques en un temps très court.

Conclusion générale

L'étude réalisée dans ce travail de thèse avait pour objectif le développement des nouveaux biocomposites à matrice cimentaire renforcés par des fibres de Mesh de Palmier Dattier (FMPD). En premier lieu, les FMPDs brut et traités ont été caractérisées suivant un programme expérimental statistique afin de déterminer leurs morphologies structurales ainsi que leurs propriétés physiques, thermiques et mécaniques.

La possibilité d'avoir des modifications dans les propriétés des FMPDs a été examinée par des traitements chimiques alcalins afin d'améliorer ses propriétés, au fur et à mesure l'adhérence fibre/matrice. L'élaboration des bio-mortiers à matrice cimentaire renforcés par les FMPDs a été l'objectif principal dans ce travail de recherche, un travail expérimental établi en utilisant des méthodes statistiques d'optimisation afin d'identifier le comportement mécanique des échantillons en bio-mortiers.

Les analyses de caractérisations menées dans ce travail de thèse ont achevé à de nombreuses conclusions qui permettent d'envisager des perspectives de recherche variées sur les FMPDs et leurs bio-composites :

- Les images prises par le MO et/ou le MEB des FMPDs traitées en comparaison avec celles non traitées montrent que le traitement alcalin en NaOH génère un changement microstructural des fibres en éliminant leurs constituants amorphes (impuretés, micro-fibrilles, corps de Silice…etc), qui entraîne la formation d'une surface plus rugueuse, ce qui leur permet d'augmenter la qualité de l'interface fibre/matrice et lui conférer une bonne adhésion;
- L'analyse par DRX des FMPDs brutes indique que l'indice de cristallinité ainsi que la taille des cristallites sont successivement égaux à 47,19 et 2,98, ces valeurs sont assez faibles par rapport à d'autres fibres végétales trouvées dans la littérature, ceci révèlent que les FMPD sont de plus en plus dures en terme de quantités de cellulose, avec une réduction de leur capacité à absorber l'eau en terme de taille des cristallites faible;
- L'analyse de la structure des FMPDs par FTIR montrée que la concentration de l'élément alcalin NaOH n'a pratiquement aucun effet significatif sur la position des pics soit en variant le diamètre, soit en variant le % de NaOH, avec une faible variation dans les intensités d'énergies absorbées. Une réduction de l'absorption approchée par le pic de

vibration à 2910 cm-1 a été observée, correspondant à l'étirement du groupe C-H, incluse dans presque toutes les fibres naturelles. Cette région pourrait être attribuée à l'élimination des hémicelluloses lors du traitement alcalin, entrainant leur désintégration partielle, donc une surface plus rugueuse;

- L'analyse thermogravimétrique des FMPDs brutes montre que leur stabilité thermique peut être observée jusqu'à la température de 245 °C ou la dégradation commence, ce qui limite l'intervalle de sécurité de l'utilisation des bio-fibres comme renfort dans les bio-composites. Ceci peut être trouvé avantageux par rapport d'autres FV.
- Les résultats de la DSC des fibres FMPDs non traitées montrent qu'après un traitement thermique de trempe (premier chauffage), un processus endothermique obtenu à température égale 138,01 °C, correspond à l'évaporation de l'eau existant dans la structure de la fibre (durcissement par cristallisation), avec enthalpie correspondante égale à 198,16 J/g. En revanche, trois processus exothermiques ont été identifiés sur la courbe de deuxième chauffage (recuit), qui est attribués respectivement à la dégradation de l'hémicellulose, la cellulose et la lignine présentent dans la fibre.
- Les résultats de caractérisation mécanique des FMPD brutes lors de l'essai traction monotone avec une longueur entre mor varient entre 10, 20, 30 ,40 et 50 mm, ont montrés que les meilleures propriétés mécaniques enlevées, en termes de contrainte de traction, déformation et module de Young à la traction, sont celles obtenues avec une longueur entre mors (GL) égale à 20 mm, qui vaut respectivement 140,81 MPa, 6.93 % et 8,17 GPa.
- En revanche, les propriétés mécaniques résultantes de l'essai de traction des FMPD traitées suite à un programme expérimentale établis par la méthode statistique de Taguchi L25, mis en évidence l'influence du traitement alcalin NaOH et le temps d'immersion des FMPD dans la solution alcalin, ont montrées qu'une augmentation ou une diminution des propriétés mécaniques soit obtenue. Les meilleures propriétés mécaniques, en terme de contrainte de traction, déformation et module de Young a la traction pour GL = 20 mm, sont obtenues suite à un traitement de 5% NaOH pendant 2h de temps d'immersion, conduisant à une augmentation de 20.5% de la contrainte à la rupture et de 18% de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées ;
- Vu la dispersion des résultats expérimentaux obtenus lors de l'essai de traction, pour les FMPD brutes ou traitées, une étude statistique des propriétés mécaniques basée sur

l'utilisation des lois (fonctions) de distributions statistiques soit établis. La distribution de Weibull à trois paramètres a permis de donner des valeurs des propriétés mécaniques proches aux valeurs moyennes obtenues expérimentalement par rapport à d'autres lois de distributions offertes ;

- De plus, l'étude du comportement mécanique suite à l'incorporation des fibres de mesh de palmier dattier (FMPD) dans un mortier à matrice cimentaire était l'objectif principal de cette recherche. Les échantillons de mortier de références (sans fibres) élaborés, montrent une densité plus élevée par rapport aux bio-mortiers renforcés par les FMPDs, et avec l'augmentation du pourcentage du renforcement, la densité diminue de manière significative jusqu'à 18,6 % pour un renforcement de 5% de FMPD, ce qui avantageait l'utilisation des FMPD comme élément d'allégement des structures en bio-mortier ;
- Lors de l'essai de flexion 3-points, les résultats expérimentaux moyens obtenus montrent que l'incorporation des FMPDs peut améliorer de manière assez significative les propriétés mécaniques du bio-mortier par rapport au mortier non renforcé. Le bio-mortier présentant les meilleures propriétés mécaniques aux a été obtenu pour une teneur en fibres de 1 %, avec une longueur de 5 mm traité avec 3 % de NaOH pendant 8 h. Dans ce cas, les valeurs se situent autour de 5,1 MPa, 0.28 mm et 1106,4 MPa respectivement pour la contrainte, le déplacement et le module d'Young, qui peuvent donner des augmentations de 27,5 %, 48% et 18,9 % respectivement ;
- Dans cette recherche, outre l'essai de flexion 3-points, l'essai de compression a été adopté afin de déterminer la contrainte, déplacement ultime et le module de Young des échantillons en bio-mortiers renforcés par des % variables de FMPD, traitées par NaOH pendant des temps bien définis, et ceux selon un programme expérimental issu d'un plan d'expérience RSM représentant 27 types de tests. Le bio-mortier présentant les meilleures propriétés mécaniques a été obtenu pour une teneur en fibres de 1 %, une longueur de 10 mm, traité avec 5 % de NaOH pendant 8 h. entrainant des valeurs d'environ 21 MPa et 37,7 GPa, ces valeurs soustraitent des augmentations de 46,6% et 36,3%, qui ont été obtenues respectivement pour la résistance à la compression et le module de compression;
- Afin de déterminer les facteurs d'élaborations des bio-mortiers les plus significatives en termes de : (A) % de fibres, (B) longueurs, (C) % de NaOH et (D) temps immersion, dans les deux tests mécaniques, l'optimisation à l'aide du modèle de régression quadratique a

été effectuée. À cet effet, la méthodologie de surface de réponse (RSM) a été utilisée pour optimiser les conditions d'élaboration des bio-mortiers et de sélectionner l'ensemble des paramètres d'élaboration qui conduisent à la maximisation des propriétés de flexion et de compression. Une confirmation des meilleurs résultats obtenus par le modèle de désirabilité a été effectuée après 28 jours de séchage. Les tests de flexion 3-points et ou de compression donnes des valeurs moyennes autour de 6,2 MPa, 1075,3 MPa et de 21,2 MPa, 36,6 GPa, ont été obtenues, respectivement, pour la contrainte et le module de Young à la flexion et à la compression. Cependant une augmentation significative des deux caractéristiques égale respectivement à 50,0% et 20,0% soit obtenue pour la flexion et des augmentations respectivement de 46,6 % et 36,3 % soit obtenue pour la compression, et ceux comparées au mortier de référence.

Perspectives

Les travaux expérimentaux effectués dans cette thèse ont été menés pour étudier l'effet de l'incorporation des fibres de Mesh du Palmier Dattie (FMPD) sur les propriétés mécaniques du mortier en terme de matrice. Au regard des résultats obtenus, de nombreuses perspectives peuvent être envisagées à savoir:

- Elargir l'étude a d'autre fibres végétales de même espèces (fibres issues du palmier dattier de type: Deghlet Nour, Mech Deghla….etc);
- Possibilité d'élaboration d'un dispositif d'extraction de la fibre de palmier dattier;
- Utilisation d'autres type d'alcalin de traitement chimique ;
- Elaboration des bio-composites à matrice en béton pour une utilisation structurelle ;
- Evaluation expérimentale et par modélisation des propriétés thermique des composites bio-fibrés, afin d'étudier leur capacité d'isolation thermique en terme de conductivité thermique.

Références bibliographiques

[1] Houda S. Développement des bio-composites à base de fibre végétales et de colles écologiques. Thèse de doctorat, université de Pau et des pays de l'Adour. 2013.

[2] Manel H. proprietes de transport des matériaux hétérogènes a renfort naturel: approche expérimental et modélisation numérique. Thèse de doctorat, université Hadj Lakhdar de Batna. 2015.

[3] Maache M. Elaboration et caractérisation des composites à renfort en fibres naturelles des plantes sauvages. Thèse de doctorat, université de Guelma 2018.

[4] Aziz S. Etude de l'influence de la résine polyester sur le comportement mécanique du composite à renfort en fibre de jute. Thèse de doctorat, université de Guelma 2018.

[5] Jonathan P. Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée. Thèse de doctorat, université de l'Université de Caen Normandie.

[6] Taban E, Khavanin A, Ohadi A, Putra A, Jafari AJ, Faridan M, Soleimanian A. Study on the acoustic characteristics of natural date palm fibres: Experimental and theoretical approaches. Building and Environment, Volume 161, 106274. https://doi.org/10.1016/j. buildenv.2019.106274.

[7] Benmansour N. développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptes a l'isolation thermique dans l'habitat. Thèse de doctorat Université Hadj Lakhdar Batna, 2015.

[8] Mi L, Yunqiao Pu, Valerie M. Thomas, Chang GeunYoo ,SoydanOzcan, Yulin Deng, Kim Nelson, Arthur J. Ragauskas. Recent advancements of plant-based natural fiber–reinforced composites and their applications. Composites Part B: Engineering Volume 200, 2020, 108254 https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108254.

[9] DUJARDIN N. un materiau biosource de choix : les fibres naturelles. Caractérisations et applications. certes - Themacs, EA 3481.

[10] Campilho RDSG. Natural Fiber Composites. CRC Press, Taylor & Francis Group. Boca Raton London New York (2016). ISBN 9781482239003.

[11] SBIAI A. Matériaux composites a matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres. thèse de doctorat 03 Juin 2011 Ecole doctorale Matériaux de Lyon.

[12] Amroune S. Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier. Thèse de doctorat, université de Guelma 2016.

[13] Sofiane A, Laurent Arnaud. Bio-aggregate-based Building Materials Applications to Hemp Concretes. First published 2013, British Library Cataloguing-in-Publication Data A CIP record for this book is available from the British Library. ISBN: 978-1-84821-404-0.

[14] Bezazi A, Amroune S, Scarpa F, Dufresne A, Imad A. Investigation of the date palm fiber for green composites reinforcement: Quasi-static and fatigue characterization of the fiber. Industrial crops and Products (2020), Volume 146. https://doi.org/10.1016/ j.indcrop.2020. 112135.

[15] Boumediri H, Bezazi A, Del Pino GG, Haddad A, Scarpa F, Dufresne A. Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite. Carbohydrate Polymers (2019), Volume 222. https://doi.org/10. 1016/j.carbpol. 2019.114997.

[16] Mouhoubi S,M. Bourahli E. H, Osmani H, Abdeslam .S. Effect of Alkali Treatment on Alfa Fibers Behavior. Journal of Natural Fibers Volume 14, 2017 - Issue 2. https://doi.org/10. 1080/ 15440478.2016.1193088.

[17] Ali M, Alabdulkarem A. On thermal characteristics and microstructure of a new insulation material extracted from date palm trees surface fibers. Construction and Building Materials (2017), Volume 1381, Pages 276-284. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.012.

[18] Belakroum R, Gherfi A, Kadja M, Maalouf C, Lachi M, El Wakil N, Mai TH. Design and properties of a new sustainable construction material based on date palm fibers and lime. Construction and Building Materials (2018), Volume 184, Pages 330-343. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.196.

[19] Kriker A , A. Bali , G. Debicki , M. Bouziane , M. Chabannet. Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates. Cement & Concrete Composites 30 (2008) 639–648.

[20] Faris M. AL-Oqla, S.M. Sapuan. Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry. Journal of Cleaner Production 66 (2014) 347e354. http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.10.050.

[21] M.G.Balthazard « Sur les origines, l'histoire évolutive et biogéographique du palmier dattier » thèse de doctorat, université de Montpellier, 2012.

[22] Senoussi. A, S. Babahani, A. Sebihi. Le palmier et la datte : un arbre et un fruit à haute valeur ajoutee, cas de la region de ouargla. African Review of Science, Technology and Development V 02, N.01/January 2017.

[23] Acourene S, Allam A.E.K., Chouaki S., Djaafri K., Tama M., Taleb B. Etude de la diversité génétique du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) de la région de Ghardaïa. Recherche Agronomique n° 21, juin 2008, Algérie : 27-33.

[24] Frédérique A.B. Biotechnologies du palmier dattier. Actes du 3e Séminaire du réseau AUF-BIOVEG. Montpellier (France), 18-20 novembre 2008.

[25] Benziouche S E. Analyse de la filière dattes en Algérie: constats et perspectives de développement. Etude de cas da la daïra de Tolga. Thèse de Doctorat. ENSA. El Harrach. Alger 2012.

[26] Awad S, Yonghui Z, Evina K, Yunfeng L, Mizi F. A Critical Review on Date Palm Tree (Phoenix dactylifera L.) Fibres and their uses in bio‑composites. Journal of Waste and Biomass Valorization · June 2021 DOI: 10.1007/s12649-020-01105-2.

[27] Tirichine A, Belguedj M., Benkhalifa A, Guerradi M, Bousdira K, Bayoud B, Labgaâ L. Diversité génétique du palmier dattier dans les oasis du Mzab : Inventaire et actions de préservation. Recherche Agronomique n° 20, décembre 2007, Algérie: 17-23.

[28] Rapport sur le commerce extérieur des dattes. Observatoire National des Filières Agricoles et Agroalimentaires (ONFAA). Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et de la Pêche. onfaa.inraa.dz.

[29] Taallah B. Etude du comportement physico-mecanique du bloc de terre comprimée avec fibres. thèse de doctorat, université mohamed khider – biskra 2014.

[30] Belaroussi M.H. Etude de la production du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) variété Deglet Nour : cas des régions de Oued Mya et Oued Righ. Thèse de doctorat en sciences spécialité Sciences Agronomiques. universite kasdi merbah – ouargla.2019.

[31] Peyron G. Cultiver le palmier dattier. Editeur :Cirad.1ère édition Publication. Référence eBook [ePub] :CI774EPB. Référence eBook [PDF] : CI774NUM. EAN13 eBook [ePub] :978275921178.1 janvier 2000.

[32] Muriel G.B, Claire N, Ivorra S, MargaretaT, Jean-hristophe P, Jean-Frédéric T. Origines et domestication du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) État de l'art et perspectives d'étude. Revue d'ethnoécologie. Le palmier dattier. Éditeur. Laboratoire Eco-anthropologie et

Ethnobiologie. Édition électronique. URL : http://journals.openedition.org/ethnoecologie/1524. DOI : 10.4000/ethnoecologie.1524. ISSN : 2267-2419.

[33] BESSAS Ahmed. Dosage biochimique des composés phénoliques dans les dattes et le miel récoltés dans le sud algérien. Thèse de doctorat Université Djillali Liabes -Sidi Bel Abbes-2008.

[34] Al-Oqla, F.M., Sapuan, S.M.: Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry. J. Clean. Prod. 66, 347–354 (2014). https ://doi.org/10.1016/j.jclep ro.2013.10.050.

[35] Jonathan P. Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée. Thèse de doctorat.Normondie univérsité.2018.

[36] Kriker A, Debicki G, Bali A, Khenfer M.M, Chabannet M. Mechanical properties of date palm fibres and reinforced date palm fibre concrete in hot-dry climate. Cem Concr Compos 2005; 27(5):554-564.

[37] Chennouf N, Agoudjil B, Boudenne A, Benzarti K, Bouras F (2018) Hygrothermal characterization of a new bio-based construction material: Concrete reinforced with date palm fibers. Construction and Building Materials, Volume 192, Pages 348-356.https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.089

[38] Elseify, L.A., Midani, M., Shihata, L.A., El-Mously, H. Review on cellulosic fibers extracted from date palms (Phoenix dactylifera L.) and their applications. Cellulose 26, 2209–2232 (2019). https ://doi.org/10.1007/s1057 0-019-02259 -6.

[39] Romildo D.T.F, Kuruvilla J, Khosrow G. George L.E. The use of sisal fibre as reinforcement in cement based composites. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental (1999), v.3, n.2, p.245-256.

[40] Zhou X, Ghaffar S.H, Dong W, Oladiran O, Fan M. Fracture and impact properties of short discrete jute fibre-reinforced cementitious composites. Mater. Des. 49, 35–47 (2013). https :// doi.org/10.1016/j.matde s.2013.01.029.

[41] Benhamadouche L, Rokbi M, Osmani H, Jawaid M, Asim M, Mohd Supian A B, Mekideche S, Moussaoui N, Fouad H, Khiari R. Characterization of physical and mechanical properties of recycled jute fabric reinforced polypropylene composites. Polymer Composites Volume42, Issue10. https://doi.org/10.1002/pc.26235.

[42] George M., Mussone P. G., Abboud Z. & Bressler C. D., 2014. Characterization of chemically and enzymatically treated hemp fibres using atomic force microscopy and spectroscopy, *Applied Surface Science* , Vol 314, 1019-1025.

[43] Baley C. & Bourmaud A., 2014. Average tensile properties of French elementary flax fibers, *Materials Letters,* Vol. 122, 159-161.

[44] Labib WA. Utilisation of date palm fibres in cement-based composites: A feasibility study. IOP Publishing, Materials Science and Engineering 596 012028 (2019). doi:10.1088/1757-899X/596/1/012028.

[45] Elbadry E.A. Agro-residues: surface treatment and characterization of date palm tree fiber as composite reinforcement. J. Compos.2014, 1–8 (2014). https ://doi.org/10.1155/ 2014/18912 8.

[46] Al-Khanbashi A, Al-Kaabi K, Hammami A.: Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: fiber characterization. Polym. Compos. 26, 486–497 (2005). https ://doi.org/10.1002/pc.20118.

[47] Wail N. Al-Rifaie, Maamoon Al-Niami. Mechanical performance of date palm fibre-reinforced gypsums. Innov. Infrastruct. Solut (2016) 1:18. DOI 10.1007/s41062-016-0022-y.

[48] Sellami A, Merzoud M, Soufiane A. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. Construction and Building Materials 47 (2013) 1117–1124. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.05.073.

[49] Mohana V.R, experimental study on natural fibers in rcc beams. International Journal of Civil Engineering and Technology (IJCIET). Volume 8, Issue 4, April 2017, pp. 179–184 Article ID: IJCIET_08_04_023. ISSN Print: 0976-6308 and ISSN Online: 0976-6316.

[50] Susheel K, Alain D, BibinMathew C, Kaith B. S, Luc A, James N, Elias N. Cellulose-Based Bio-and Nanocomposites: A Review Article. Hindawi Publishing Corporation International Journal of Polymer Science Volume 2011, Article ID 837875, 35 pages doi:10.1155/2011/837875.

[51] Kalia S, B. Kaith S, Kaur I. Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites. Polymer Engineering and Science, vol. 49, no. 7, pp. 1253–1272, 2009.

[52] Jonas R, Farah L. F. Production and application of microbial cellulose," Polymer Degradation and Stability. vol. 59, no. 1–3, pp. 101–106, 1998.

[53] Czaja W.K, Young D.J, Kawecki M, Brown R.M. The future prospects of microbial cellulose in biomedical applications Biomacromolecules, vol. 8, no. 1, pp. 1–12, 2007.

[54] Alderman D.A.A. A review of cellulose ethers in hydrophilic matrices for oral controlled-release dosage forms. International Journal of Pharmaceutical Technology and Product Manufacture, vol. 5, no. 3, pp. 1–9, 1984.

[55] Komuraiah A, Kumar N.S, Prasad B.D Chemical composition of natural fibers and its influence on their mechanical properties. Mech. Compos. Mater. 50, 359–376 (2014). https ://doi.org/10.1007/s1102 9-014-9422-2.

[56] Almi, K., Benchabane, A., Lakel, S., Kriker, A.: Potential utilization of date palm wood as composite reinforcement. J. Reinf. Plast. Compos. 34, 1231–1240 (2015). https ://doi.org /10.1177/07316 84415 588356.

[57] Chaib, H., Kriker, A., Mekhermeche, A.: Thermal study of earth bricks reinforced by date palm fibers. Energy Procedia 74, 919–925 (2015). https ://doi.org/10.1016/j. egypro.2015.07.827.

[58] El-Morsy, M.: Studies on the rachises of the Egyptian date palm leaves for hardboard production. Fibre Sci. Technol. 13, 317–323(1980)

[59] Taha, I, Steuernagel, L, Ziegmann, G. Chemical modification of date palm mesh fibres for reinforcement of polymeric materials. Part I examination of different cleaning methods Polym. Polym. Compos.14, 767-778(2006). https ://doi.org/10.1177/09673 91106 01400802

[60] Saleh, M.A., Al Haron, M.H., Saleh, A.A., Farag, M.: Fatigue behavior and life prediction of biodegradable composites of starch reinforced with date palm fibers. Int. J. Fatigue 103, 216–222 (2017). https ://doi.org/10.1016/j.ijfat igue.2017.06.005

[61] Gheith, M.H., Aziz, M.A., Ghori, W., Saba, N., Asim, M., Jawaid,M., et al.: Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy composites. J. Mater.Res. Technol. 8, 853–860 (2019). https ://doi.org/10.1016 /j.jmrt.2018.06.013.

[62] Alshammari, B.A., Saba, N., Alotaibi, M.D., Alotibi, M.F.,Jawaid, M., Alothman, O.Y.: Evaluation of mechanical, physical, and morphological properties of epoxy composites reinforced with different date palm fillers. Materials (Basel) (2019). https://doi.org/10.3390/ ma121 32145.

[63] Alshammari, B.A., Saba, N., Alotaibi, M.D., Alotibi, M.F., Jawaid, M., Alothman, O.Y.: Evaluation of mechanical, physical, and morphological properties of epoxy composites

reinforced with different date palm fillers. Materials (Basel) (2019). https://doi.org/10.3390/ma 121 32145.

[64] Nasser, R.A., Salem, M.Z.M., Hiziroglu, S., Al-Mefarrej, H.A., Mohareb, A.S., Alam, M., et al.: Chemical analysis of different parts of date palm (Phoenix dactylifera L.) using ultimate, proximate and thermo-gravimetric techniques for energy production. Energies (2016). https ://doi.org/10.3390/en905 0374.

[65] Saadaoui, N, Rouilly, A, Fares, K, Rigal, L. Characterization of date palm lignocellulosic by-products and self-bonded composite materials obtained thereof. Mater. Des. 50, 302–308(2013). https ://doi.org/10.1016/j.matde s.2013.03.011.

[66] Khiari, R., Mhenni, M.F., Belgacem, M.N., Mauret, E.: Chemical composition and pulping of date palm rachis and Posidonia oceanica—a comparison with other wood and non-wood fibre sources. Bioresour. Technol. 101, 775–780 (2010). https ://doi.org/10.1016/j.biort ech.2009.08.079.

[67] Lahouioui, M., Ben Arfi, R., Fois, M., Ibos, L., Ghorbal, A.: Investigation of fiber surface treatment effect on thermal, mechanical and acoustical properties of date palm fiber-reinforced cementitious composites. Waste Biomass Valoriz. (2019).https : //doi.org/10. 1007/s1264 9-019-00745 -3.

[68] Hamza, S., Saad, H., Charrier, B., Ayed, N., Charrier-El, B.F.: Physico-chemical characterization of Tunisian plant fibers and its utilization as reinforcement for plaster based composites. Ind. Crops Prod. 49, 357–365 (2013). https ://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013. 04.052.

[69] Mirmehdi S.M, Zeinaly F, Dabbagh F. Date palm wood flour as filler of linear low-density polyethylene. Compos. B 56, 137–141 (2014). https ://doi.org/10.1016/j.compo sites b.2013.08.008.

[70] Mahdavi S, Kermanian H, Varshoei A. Comparison of mechanical properties of date palm fiber-polyethylene composite. BioResources 5(4), 2391–2403 (2010).

[71] Azwa Z.N, Yousif B.F, Manalo A.C, Karunasena W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. Mater. Des. 47, 424–442 (2013). https ://doi.org/10.1016/j.matde s.2012.11.025.

[72] Mohini S, Asokan P,Anusha S, Ruhi H, Sonal W. Composite Materials from Natural Resources: Recent Trends and Future Potentials. Advanced Materials and Processes Research Institute, Council of Scientific & Industrial Research doi:10.5772/18264.

[73] John M.J, Anandjiwala R.D, Pothan L.A, Thomas S. Cellulosic fibre-reinforced green composites. Compos. Interfaces 14, 733–751 (2007). https ://doi.org/10.1163/15685 54077 82106 546.

[74] Al-Khanbashi A, Al-Kaabi K, Hammami A. Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: fiber characterization. *Polymer Composites*, vol. 26, no. 4, pp. 486–497, 2005.

[75] Tioua, T., Kriker, A., Barluenga, G., Palomar, I.: Influence of date palm fiber and shrinkage reducing admixture on selfcompacting concrete performance at early age in hot-dry environment. Constr. Build. Mater. 154, 721–733 (2017). https://doi.org /10.1016 /j.conbu ildma t.2017.07.229.

[76] Al-Kaabi K., Al-Khanbashi A, Hammami A. Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: DPF/polyester composite properties. Polym. Compos. 26, 604–613 (2005). https ://doi.org/10.1002/pc.20130.

[77] Hammood A.S. Effect of erosion on water absorption and morphologyfor treated date palm fiber-reinforced polyester composites.Int. J. Mech. Mechatron. Eng. 15, 108–114 (2015).

[78] Al-Juruf R.S, Ahmed F.A, Alam I.A, Abdel-Rahman H.H. Determination of the thermal conductivity of date palm leaves.J. Therm. Envel. Build. Sci.11,152–157 (1988). https ://doi.org/10.1177/10971 96388 01100 303.

[79] Al-Oqla F.M, Alothman O.Y, Jawaid M, Sapuan S.M, Es-Saheb M.H. Processing and properties of date palm fibers and its composites. Biomass Bioenergy Process. Prop. (2014). https ://doi.org/10.1007/978-3-319-07641 -6_1.

[80] Asim M, Abdan K, Jawaid M, Nasir M, Dashtizadeh Z, Ishak M.R. A review on pineapple leaves fibre Waste and Biomass Valorization and its composites. Int. J. Polym. Sci. (2015). https ://doi.org/10.1155/2015/95056 7.

[81] Duigou A, Davies P, Baley C. Seawater ageing of flax/poly (lactic acid) biocomposites. Polymer Degradation and Stability. Vol. 94, pp. 1151–1162,2009.

[82] Newman R.H. Auto-accelerative water damage in an epoxy composite reinforced with plain-weave flax fabric. Composites: Part A. Vol. 40, pp. 1615–1620, 2009.

[83]Assarar M, Scida M, Mahi A.E, Poilâne C, Ayad R. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: flax fibres and glass fibres. Materials and Design. Vol. 32, pp. 788-795, 2011.

[84] William G, Nicolas M, Stéphane C, Johnny B, Anne B. Processus de Gonflement des Fibres Végétales en Conditions Hygro/Hydrothermiques : Détermination des Coefficients d'Hygro/Hydroexpansion. Revue des composites et des matériaux avancés, Lavoisier, 2019, 29 (4), pp.225-232. ff10.18280/rcma.290406ff. ffhal-02436508f.

[85] Dehghani A, Madadi A. S , Al-Maadeed A.M, Hassan A, Uzir W. M. Mechanical and thermal properties of date palm leaf fiber reinforced recycled poly (ethylene terephthalate) composites. Materials and Design 52 (2013) 841–848. http://dx.doi.org/10.1016/j. matdes.2013.06.022.

[86] Mohamed E. A, Abdullah A. On thermal characteristics and microstructure of a new insulation material extracted from date palm trees surface fibers. Construction and Building Materials 138 (2017) 276–284. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.012.

[87] Tajvidi M, Takemura A. Effect of fiber content and type, compatibilizer, and heating rate on thermogravimetric properties of natural fiber high density polyethylene composites. Polymer Composites, vol. 30, no. 9, pp. 1226–1233, 2009.

[88] Goulart S. A. S, Oliveira T. A, Teixeira A, C.Miléo P, Mulinari R. Mechanical behaviour of polypropylene reinforced palm fibers composites. Procedia Engineering, vol. 10,pp. 2034–2039, 2011.

[89] Kabir M. M, Wang H, Lau K. T, Cardona F. Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: an overview. Composites Part B: Engineering, vol. 43, no. 7, pp. 2883–2892, 2012.

[90] Benmansour N, Agoudjil B, Gherabli A, Kareche A, Boudenne A. Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building. Energy and Buildings, Volume 81, Pages 98-104. http://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild. 2014.05.032.

[91] Dittenber D.B, Gangarao H.V.S. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. Compos. A 43, 1419–1429 (2012). https ://doi.org/10.1016/ j.compo sites a.2011.11.019.

[92] John M.J, Thomas S. Biofibres and biocomposites. Carbohydr. Polym. 71, 343–364 (2008). https ://doi.org/10.1016/j.carbp ol.2007.05.040.

[93] Methacanon P, Weerawatsophon U, Sumransin N, Prahsarn C. Bergado D.T. Properties and potential application of the selected natural fibers as limited life geotextiles. Carbohydr. Polym. 82, 1090–1096 (2010). https ://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.036?

[94] Elsayed A. Elbadry . Agro-Residues: Surface Treatment and Characterization of Date Palm Tree Fiber as Composite Reinforcement. Journal of Composites Volume 2014, Article ID 189128, 8 pages. http://dx.doi.org/10.1155/2014/189128.

[95] Alsaeed T, Yousif B.F, Ku H. The potential of using date palm fibres as reinforcement for polymeric composites. Materials and Design 43 (2013) 177–184. http://dx.doi.org/10.1016/j. matdes.2012.06.061.

[96] Wong K.J, Yousif B.F, Low K.O. The effects of alkali treatment on the interfacial adhesion of bamboo fibres.Proc. Inst. Mech. Eng. L 224, 139–148 (2010). https ://doi.org/10.1243/14644 207JM DA304.

[97] Abdal-Hay A, Suardana N.P.G, Jung D.Y, Choi K.S, Lim J.K. Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites. Int. J. Precis. Eng. Manuf. 13, 1199–1206 (2012). https ://doi.org/10.1007/ s1254 1-012-0159-3

[98] Alawar, A., Hamed, A.M., Al-Kaabi, K.: Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement. Compos. B 40, 601–606 (2009). https ://doi.org/10.1016/j.compo sites b.2009.04.018.

[99] Shalwan A, Yousif B.F. Influence of date palm fibre and graphite filler on mechanical and wear characteristics of epoxy composites. Mater. Des. 59, 264–273 (2014). https ://doi. org/10.1016/j.matde s.2014.02.066.

[100] Jitendra K. Pandey S. H. Ahn Caroline S. Lee Amar K. Mohanty M M. Recent Advances in the Application of Natural Fiber Based Composites. Macromolecular Materials and Engineering. 2010, 295, 975–989. DOI: 10.1002/mame.201000095.

[101] Omar F.d, Andrzej K. Bledzkia H.P. F, Mohini S. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. Progress in Polymer Science 37 (2012) 1552– 1596. http://dx.doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003.

[102] AzraKorjenic J Z, Jitka H. The use of insulating materials based on natural fibers in combination with plant facades in building constructions. Energy and Buildings Volume 116, Pages 45-58 http://dx.doi.org/doi:10.1016/j.enbuild. 2015.12.037.

[103] Baouchi B. Programme d’Efficacité Énergétique en Algérie : l’Agence Nationale pour la Promotion et la Rationalisation de l’Utilisation de l’Energie (APRUE).

[104] Afonso R.G. de Azevedo, Markssuel T. M, Bassam A. T, Daiane C, Artur C. P, Sergio N. M. Technological performance of açaí natural fibre reinforced cement-based mortars.

Journal of Building Engineering. Volume 33 Article 101675. https://doi.org/10.1016/j.jobe. 2020.101675.

[105] Jianqiang W, Christian M. Utilization of rice husk ash in green natural fiber-reinforced cement composites: Mitigating degradation of sisal fiber. Cement and Concrete Research. volume 81 page 94–111. http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.12.001.

[106] Supriya M, Amar K. M, Lawrence T. D, Manjusri M, Georg H, A Review on Pineapple Leaf Fibers, Sisal Fibers and Their Biocomposites. Macromolecular. Materials and Engineering. 289, 955–974 DOI: 10.1002/mame.200400132.

[107] Flávio de Andrade S, Deju Z, Barzin M, Chote S, Romildo Dias T. F. High speed tensile behavior of sisal fiber cement composites. Materials Science and Engineering A 527 page 544–552. doi:10.1016/j.msea.2009.08.013.

[108] Romildo D. T. F, Khosrow G, George L. E, Karen S. Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability. Cement & Concrete Composites 25 (2003) 185–196 PII: S09 5 8- 94 6 5(02)0 0 01 8 -5.

[109] Fernando P. T, Said J. Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review Construction and Building Materials Volume 25, Issue 2, February 2011, Pages 575-581 https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.07.024.

[110] Savastano J. H, Warden P.G, Coutts R.S.P. Mechanically pulped sisal as reinforcement in cementitious matrices. Cement & Concrete Composites, volume 25, page 311–319. PII: S09 5 8-9 4 65 (0 2) 0 00 5 5- 0.

[111] Aseel B. AL-Zubaidi. Effect of Natural Fibers on Mechanical Properties of Green Cement Mortar AIP Conference Proceedings 1968, 020003 (2018), https://doi.org/10.1063/1.5 039162.

[112] Sabarish K.V, Pratheeba P, Bhuvaneshwari, Jones J. An experimental investigation on properties of sisal fiber used in the concrete. Materials Today: Proceedings https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.686.

[113] Lertwattanaruk P, Suntijitto A. Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications. Construction and Building Materials, Volume 94, Pages 664-669. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat .2015.07.154.

[114] Onuaguluchi O, Banthia N. Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. Cement and Concrete Composites, Volume 68, Pages 96-108. https://doi. org/ 10.1016/j.cemconcomp .2016.02.014.

[115] Flávio de Andrade S, Barzin M, Romildo Dias T. F. Cracking mechanisms in durable sisal fiber reinforced cement composites. Cement & Concrete Composites, volume 31 page 721–730. doi:10.1016/j.cemconcomp.2009.07.004.

[116] Kuder K.G, Shah S.P. Processing of high-performance fiber reinforced cement-based composites. Constr. Build. Mater. 24, 181–186 (2010). https ://doi.org/10.1016/j.conbu ildmat.2007.06.018.

[117] Belkadi A, Aggoun S, Amouri C, Geuttala A. Effet de la nature des fibres végétales sur les performances mécaniques et les propriétés de transfert des mortiers à base de metakaolin. AJCE-Special ISSue.Volume 36-Issue 1.

[118] Mokhtari a. Kriker a. Guemmoula y. Boukrioua a. Khenfer m.m. Formulation and Characterization of Date Palm Fibers Mortar by Addition of Crushed Dune Sand. International Conference on Technologies and Materials for Renewable Energy, Environment and Sustainability, TMREES15. Energy Procedia 74 (2015) 344 – 350.

[119] Bouhemame N, Aiadi K. E, Bezazi A, Boumediri H, Reis P.N.B, Imad A, Fabrizio S. Tensile Properties Optimization of Date Palm Leaflets Using Taguchi Method. Journal of Natural Fibers. https://doi.org/ 10.1080/15440478 .2021.1916674.

[120] Agoudjil B, Benchabane A, Boudenne A, Ibos L., Fois M. Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood. Energy and Buildings, 43(2–3), 491–497. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2010.10.014.

[121] EN 196-1, Methods of Testing Cement-Part 1: Determination of Strength, European committee for Standardization, 2005.

[122] ASTM C348-14, Standard Test Method for Flexural Strength of Hydraulic- Cement Mortars, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www. astm.org.

[123] ASTM C109 / C109M -Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50 mm] Cube Specimens), https://www.astm.org/Standards/C109.

[124] ASTM D3822/D3822M-14(2020). Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibershttps://www.astm.org/d3822_d3822m-14r20.html.

[125] Faesal A, Abdelmajeed M. A, Fidelis M, Wesam A. Effect of date palm fibers on the mechanical properties of concrete. international journal of sustainable Building Technology and Urban Development. Vol. 8, No. 2, 68-80, https://doi.org/10.12972/susb.20170007.

[126] Boumediri H. Elaboration et caractérisation des matériaux biocomposites à renfort en fibres extraites des rachis des palmiers dattiers. Thèse de doctorat, université 08 Mais 1945 Guelma 2021

[127] Boumhaout M, Boukhattem L, Ait Nouh F. Thermomechanical Characterization of Composite Materials: Mortar Reinforced by Date Palm Fibers Mesh from Marrakech. ©2015 IEEE 978-1-4673-7894-9/15/$31.00.

[128] Thuault A, Eve S, Blond D, Bréard J, Gomina M. Effects of the hygrothermal environment on the mechanical properties of flax fibres. Journal of Composite Materials 2014, Vol. 48(14) 1699–1707 DOI: 10.1177/0021998313490217.

[129] Thuault A, Bazin J, Eve S, Bréard J, Gomina M. Numerical study of the influence of structural and mechanical parameters on the tensile mechanical behaviour of flax fibres. Journal of Industrial Textiles. 2014, Vol. 44(1) 22–39. DOI: 10.1177/1528083713481835.

[130] Mohamad Zaki H, Sapuanb .S.M, Amni Roslana .S, Abdul Aziza .S, Shamsul S. Optimization of tensile behavior of banana pseudo-stem (Musa acuminate) fiber reinforced epoxy composites using response surface methodology. Journal of Materials Research and technologie .2 0 1 9;8(4):3517–3528 https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.06.026.

[131] Patpen P, Russly A .R, Rosnita A. T, Khalina A Response Surface Methodology for the Optimization of Preparation of Biocomposites Based on Poly(lactic acid) and Durian Peel Cellulose. Hindawi Publishing Corporation e Scientific World Journal Volume 2015, Article ID 293609, 12 pages http://dx.doi.org/10.1155/2015/293609.

[132] Kesikidou F, Stefanidou M. Natural fiber-reinforced mortars. Journal of Building Engineering. PII: S2352-7102(19)30406-1. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jobe.2019.100786

[133] Faesal A, Abdelmajeed A, Fidelis M. The Behavior of Concrete Reinforced with High Proportion of Date Palm Fibers. International Journal of Sustainable Building Technology and Urban Development. https://www.researchgate.net/publication/286779827.

[134]Yaghoobi H, Fereidoon A (2019) Thermal analysis, statistical predicting, and optimization of the flexural properties of natural fiber biocomposites using Box–Behnken experimental design. Journal of Natural Fibers, Volume 16, Issue 7 Pages 987-1005 https://doi.org /10.1080/15440478.2018.1447416.

Travaux scientifiques

Publications internationales

1- **Hocine Khelifa**, Abderrezak Bezazi, Haithem Boumediri, Gilberto Garcia del Pino, Paulo N.B. Reis, Fabrizio Scarpa, Alain Dufresne. Mechanical characterization of mortar reinforced by date palm mesh fibers: Experimental and statistical analysis. Construction and Building Materials 300 (2021) 124067. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124067

Communications nationales et internationales

1- **H.KHELIFA**. H .A.Krime. B.A.rezzak « Les éco-matériaux agro-ressource face aux enjeux de développements durables » 1ière école d'hiver – L'analyse de cycle de vie et l'éco-conception – 18-19 fevrier 2018.

2- A. Haddad, **H. Khelifa**, A. Bezazi & F. Scarpa " Morphological study & physico-chemical characterization of natural palm-phœnix dactylifera fibers intended as insulation material" 4th International Conference on Mechanics of Composites, Madrid, 9 - 12 July 2018

3- **KHELIFA Hocine,** Bezazi Abderrazak, Hadad Abdelkrim, Haithem Boumdiri and Bouhemame Nacer. Experimental analysis of the thermophysical behavior of date palm natural fiber designed for thermal insulation. 1st international conference on sustainabal renewable energy systems and applications (ICSRESA 2019) held in Larbi Tebessi University, Tebssa, Algeria, December 04-05, 2019.

4- **KHELIFA Hocine,** Bezazi Abderezak, Garcia Del Pino Gilberto, Scarpa Fabrizion, Dufrsne Alain. Physico-chemical and thermal characterization of date palm fibers in order to be used as reinforcement for bio-composite materials. 4th International Symposium on Materials and Sustainable Development. 12-14 November 2019, Boumerdes-Algeria.